

TRACTATENBLAD

VAN HET

KONINKRIJK DER NEDERLANDEN

JAARGANG 1974 Nr. 55

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. PARLEMENT

E. BEKRACHTIGING

G. INWERKINGTREDING

Zie *Trb.* 1960, 124.

J. GEGEVENS

Zie *Trb.* 1958, 18, *Trb.* 1960, 124, *Trb.* 1970, 29, *Trb.* 1971, 186, *Trb.* 1972; 31, 86 en 123 en *Trb.* 1973, 10.

2. Overeenkomsten

b. *Overeenkomsten in het kader van de Benelux Economische Unie*

Zie *Trb.* 1970, 29, *Trb.* 1971, 186 en *Trb.* 1972, 31.

Voor het op 31 maart 1965 te Brussel tot stand gekomen Verdrag betreffende de instelling en het statuut van een Benelux-gerechtshof zie ook *Trb.* 1973, 173.

Voor het op 25 oktober 1966 te Brussel tot stand gekomen Protocol bij dat Verdrag zie ook *Trb.* 1973, 174.

Voor het op 29 april 1969 te Brussel tot stand gekomen Protocol ter uitvoering van artikel 1, lid 2, van dat Verdrag zie ook *Trb.* 1973, 175.

Voor het op 29 april 1969 te Brussel tot stand gekomen Aanvullend Protocol bij het Verdrag inzake de rechtsbescherming van de personen in dienst van de Benelux Economische Unie zie ook *Trb.* 1973, 176.

Voor de op 11 maart 1970 te Brussel tot stand gekomen overeenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg houdende eenvormige wet inzake gevaarlijke werktuigen zie ook *Trb.* 1972, 117.

Voor de op 10 juni 1970 te Brussel tot stand gekomen overeenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg op het gebied van de jacht en de vogelbescherming zie ook, laatstelijk, *Trb.* 1972, 150.

Voorts is in het kader van de Benelux Economische Unie tussen de drie Verdragsluitende Partijen nog de volgende overeenkomst tot stand gekomen:

Overeenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg tot unificatie van accijnzen; Luxemburg, 29 mei 1972 (tekst in *Trb.* 1972, 108; zie ook *Trb.* 1973, 46). De Overeenkomst is nog niet in werking getreden. Op 6 maart 1973 is te Brussel tot stand gekomen een Protocol tot wijziging van artikel 29, § 1, bij deze Overeenkomst (tekst in *Trb.* 1973, 47). Het Protocol is nog niet in werking getreden.

c. *Handelsovereenkomsten met derde Staten*

Zie *Trb.* 1970, 29, *Trb.* 1971, 186 en *Trb.* 1972, 31.

Voor de op 2 juni 1960 te Madrid tot stand gekomen Handels-overeenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg, enerzijds, en de Spaanse Staat, anderzijds, met Bijlagen; zie ook *Trb.* 1972, 149.

Voor de op 14 maart 1967 te Manilla tot stand gekomen Handels-overeenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Konink-

rijk België en het Groothertogdom Luxemburg, enerzijds, en de Republiek der Filippijnen, anderzijds, zie ook *Trb.* 1972, 136.

Voor de op 3 oktober 1968 te Brussel tot stand gekomen Langlopende Handelsovereenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg, enerzijds, en de Socialistische Republiek Roemenië, anderzijds, zie ook *Trb.* 1972, 115. Deze overeenkomst is vervangen door de op 8 december 1970 te Brussel tot stand gekomen Langlopende Handelsovereenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg, enerzijds, en de Socialistische Republiek Roemenië, anderzijds. Zie voor deze overeenkomst ook, laatstelijk, *Trb.* 1973, 40.

Voor de op 25 november 1968 te Sofia tot stand gekomen Handels-overeenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg, enerzijds, en de Volksrepubliek Bulgarije, anderzijds, zie ook *Trb.* 1971, 190. Deze overeenkomst is vervangen door de op 13 mei 1970 te Sofia tot stand gekomen Langlopende Handelsovereenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg, enerzijds, en de Volksrepubliek Bulgarije, anderzijds. Zie voor deze overeenkomst ook *Trb.* 1973, 96.

Voor het op 14 juli 1971 te Brussel tot stand gekomen Handelsverdrag tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg, Leden van de Benelux Economische Unie, en de Unie van Socialistische Sowjet-Republieken zie ook *Trb.* 1973, 88.

Voor de op 14 juli 1971 te Brussel tot stand gekomen Overeenkomst nopens het handels- en betalingsverkeer tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg, Leden van de Benelux Economische Unie, en de Unie van Socialistische Sowjet-Republieken zie ook *Trb.* 1973, 89.

Voor de op 25 november 1971 te 's-Gravenhage tot stand gekomen Langlopende Handelsovereenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg, enerzijds, en de Volksrepubliek Polen, anderzijds, zie ook, laatstelijk, *Trb.* 1973, 105.

Voorts zijn tussen de Verdragsluitende Partijen en derde Staten in het kader van de Benelux Economische Unie nog de volgende handelsovereenkomsten tot stand gekomen:

Langlopende Handelsovereenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg, enerzijds, en de Tsjecho-slowaakse Socialistische Republiek, anderzijds, met Protocol en Bijlagen; 's-Gravenhage, 6 april 1972 (tekst in *Trb.* 1972, 132; zie ook *Trb.* 1973, 152). Deze overeenkomst vervangt de overeenkomst van 15 november 1967.

Langlopende Handelsovereenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg, enerzijds, en de Hongaarse Volksrepubliek, anderzijds, met Protocol en Bijlagen; Brussel, 13 juli 1972 (tekst in *Trb.* 1972, 159; zie ook, laatstelijk, *Trb.* 1973, 124). Deze overeenkomst, welke nog niet in werking is getreden, zal de overeenkomst van 26 april 1967 vervangen.

d. *Overeenkomsten inzake het personenverkeer*

Zie *Trb.* 1970, 29; *Trb.* 1971, 186 en *Trb.* 1972, 31.

Voor de op 17 juli en 30 november/9 december 1971 te Pretoria en Maseru tot stand gekomen Overeenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg, enerzijds, en het Koninkrijk Lesotho, anderzijds, inzake de afschaffing van de visumplicht zie ook *Trb.* 1972, 69.

Voorts is nog de volgende briefwisseling inzake het personenverkeer tot stand gekomen:

Briefwisseling tussen de Nederlandse, de Belgische en de Luxemburgse Regering, enerzijds, en de Spaanse Regering, anderzijds, inzake de vereenvoudiging van het reisverkeer van hun onderscheiden onderdanen; Madrid, 27 juni 1972 (tekst in *Trb.* 1972, 129; zie ook *Trb.* 1973, 37).

e. *Andere overeenkomsten*

Zie *Trb.* 1970, 29 en *Trb.* 1971, 186.

De volgende overeenkomsten zijn nog tot stand gekomen:

Overeenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg inzake commorientes; Brussel, 29 december 1972 (tekst in *Trb.* 1973, 36. De Overeenkomst is nog niet in werking getreden).

Overeenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg betreffende het boetebeding; Brussel, 26 november 1973 (tekst in *Trb.* 1974, 5. De Overeenkomst is nog niet in werking getreden).

Overeenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg betreffende de agentuurovereenkomst; Brussel, 26 november 1973 (tekst in *Trb.* 1974, 4. De Overeenkomst is nog niet in werking getreden).

Overeenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg houdende eenvormige wet betreffende de dwangsom; Brussel, 26 november 1973 (tekst in *Trb.* 1974, 6. De Overeenkomst is nog niet in werking getreden).

f. *Overeenkomsten tot wijziging van het Verdrag*

Zie *Trb.* 1971, 186.

Voor het op 16 maart 1971 te Brussel tot stand gekomen Protocol tot wijziging van artikel 80, tweede lid, van het onderhavige Verdrag zie ook *Trb.* 1973, 24.

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

BESCHIKKINGEN INGEVOLGE PROTOCOL AFSCHAFFING CONTROLES AAN DE BINNENGRENZEN VAN BENELUX

Op 17 juli 1973 heeft het Comité van Ministers de volgende Beschikking betreffende de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek inzake melkpoeder vastgesteld:

**Beschikking van het Comité van Ministers van de
Benelux Economische Unie betreffende de toepassing
van Benelux-referentiemethoden van onderzoek
inzake melkpoeder
M(73)11**

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 de belemmeringen van het vrije verkeer,

Gelet op de Aanbeveling van het Comité van Ministers van 25 oktober 1965, inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende melkpoeder, M(65)7,

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

Overwegende, dat 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,

Overwegende dat de Aanbeveling van het Comité van Ministers van 11 december 1968 inzake de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek betreffende melkpoeder, M(68)51, dient te worden vervangen door een Beschikking waarin rekening wordt gehouden met de laatste ontwikkelingen op dit gebied, met name op het internationale vlak,

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

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

De Regeringen der drie Beneluxlanden nemen vóór 1 oktober 1973 de nodige maatregelen om de bijgaande analysemethoden van onderzoek inzake melkpoeder als enig geldende referentiemethoden in hun wetgeving op te nemen.

Artikel 2

De Aanbeveling van het Comité van Ministers van 11 december 1968 inzake de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek behorende bij de Aanbeveling M (65)7 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende melkpoeder, M (68) 51, vervalt.

GEDAAN te Brussel, op 17 juli 1973.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) L. J. BRINKHORST

Analysemethoden van onderzoek inzake melkpoeder

1. Voorbehandeling van het monster.

1.1. Monster bestemd voor chemisch onderzoek.

Breng de melkpoeder in een schoon droog vat, voorzien van een goed passend deksel, met een inhoud van ongeveer tweemaal het volume van de poeder. Sluit het vat onmiddellijk en meng de melkpoeder grondig door schudden en herhaaldelijk omkeren. Vermijd zoveel mogelijk dat gedurende de voorbehandeling van het monster de melkpoeder in contact komt met de omringende lucht om vocht-opname tot een minimum te beperken.

1.2. Monster bestemd voor microbiologisch onderzoek ¹⁾.

2. Vochtgehalte

Apparatuur en hulpstoffen

Analytische balans

Schaaltjes bij voorkeur van aluminium, nikkel, roestvrij staal of glas. De schaaltes moeten voorzien zijn van goed passende deksels

¹⁾ Deze methode zal worden beschreven in een aanvulling bij deze analysemethoden van onderzoek.

die gemakkelijk afgenomen kunnen worden. De meest geschikte afmetingen zijn: diameter 6 tot 8 cm, diepte ca. 2,5 cm.

Droogstoof goed geventileerd, voorzien van een thermostaat en geregeld op $102 \pm 2^\circ\text{C}$. In de gehele stoof dient een gelijkmatige temperatuur te heersen.

Exsiccator, voorzien van silicagel met vochtigheidsindicator.

2.1. Werkwijze

2.1.1. Neem het deksel van het schaalpje en verwarm schaalpje en deksel in de droogstoof gedurende 1 h. Plaats het deksel weer op het schaalpje en zet dit in de exsiccator. Laat afkoelen tot kamertemperatuur en weeg tot op 0,1 mg.

2.1.2. Breng ca. 2 g melkpoeder in het schaalpje, sluit dit met het deksel en weeg tot op 0,1 mg.

2.1.3. Neem het deksel van het schaalpje en verwarm schaalpje en deksel gedurende 2 h in de droogstoof.

2.1.4. Sluit het schaalpje, plaats het in de exsiccator, laat afkoelen tot kamertemperatuur en weeg tot op 0,1 mg.

2.1.5. Neem het deksel van het schaalpje en verwarm schaalpje en deksel in de droogstoof gedurende 1 h.

2.1.6. Handel als omschreven onder 2.1.4.

2.1.7. Herhaal 2.1.5. en 2.1.6. tot het massaverlies tussen twee opeenvolgende wegingen niet meer dan 0,5 mg bedraagt of tot de massa toeneemt. Neem voor de berekening de kleinste massa.

2.1.8. Bereken het vochtgehalte van het monster, in massaprocenten, met de formule:

$$\frac{M_1 - M_2}{S} \times 100$$

waarin:

M_1 = massa, in grammen, van het schaalpje volgens 2.1.2.

M_2 = massa, in grammen, van het schaalpje volgens 2.1.6. of 2.1.7.

S = massa, in grammen, van de ingewogen hoeveelheid monster.

3. Vetgehalte

Reagentia

Alle reagentia dienen „pro analyse” kwaliteit te zijn en mogen na verdampen geen grotere rest achterlaten dan aangegeven voor de blancoproef (3.1.). Indien nodig kunnen de reagentia opnieuw gestedilleerd worden na toevoeging van ongeveer 1 g botervet per 100 ml oplosmiddel.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Ammonia, ca. 25 % (m/m) NH_3 (densiteit bij 20°C ca. 0,91 g/ml), of een meer geconcentreerde oplossing van bekend gehalte.

Ethanol, 96 ± 2 % (v/v) of, indien niet voorhanden, ethanol gedenuatureerd met methanol, ethyl-methyl-keton, benzeen, of petroleumether.

Diethylether, peroxidevrij.

Opmerking

Controleer of de diethylether peroxiden bevat. Breng daartoe in een van te voren met koolzuurgas gespoelde konische kolf met ingeslepen stop, 50 ml van de diethylether. Spoel opnieuw met koolzuurgas en breng zo snel mogelijk 15 ml ijsazijn en 1 ml kaliumjodide 20 % oplossing in de kolf en sluit deze direct af. Schud de kolf gedurende 5 min. in het donker. Voeg 75 ml water toe, meng en voeg vervolgens 5 ml stijfseeloplossing toe. Peroxiden zijn afwezig indien de lagen kleurloos blijven.

Petroleumether, kooktraject tussen 30 en 60°C.

Mengsel van oplosmiddelen, kort tevoren bereid door mengen van gelijke volumina diethylether en petroleumether. (Waar het gebruik van het mengsel van oplosmiddelen is voorgeschreven mag ook diethylether of petroleumether worden gebruikt).

Apparatuur en hulpstoffen

Analytische balans

Extractiebuizen volgens Mojonier (zie schets blz. 14 ¹⁾) voorzien van geslepen glazen stoppen, kurken of andere stoppen die door de gebruikte oplosmiddelen niet worden aangetast.

Extraheer kurken van goede kwaliteit achtereenvolgens met diethylether en petroleumether. Dompel de aldus behandelde kurken in water van tenminste 60°C, houd het water tenminste 20 min. op deze temperatuur en laat vervolgens afkoelen zodat de kurken, op het tijdstip van gebruik, met water verzadigd zijn.

Dunwandige kolfjes met platte bodem, van 150 tot 250 ml.

Droogstoof, goed geventileerd, met thermostaat (temperatuur geregeld op $102 \pm 2^\circ\text{C}$) of vacuümstoof (temperatuur 70–75°C, druk lager dan 50 mm Hg).

Kooksteentjes, vetvrij, niet poreus of broos, bijvoorbeeld glaskralen of stukjes siliciumcarbide (het gebruik van deze kooksteentjes is facultatief, zie alinea 3.2.1.).

Waterbad van 60–70°C.

¹⁾ Blz. 18 van dit *Tractatenblad*.

3.1. Blancoproef

Verricht, gelijktijdig met de bepaling van het vetgehalte van het monster, een blancoproef met 10 ml water. Volg daarbij de werkwijze hieronder beschreven met uitsluiting van alinea 3.2.2. Indien het resultaat van de blancoproef meer bedraagt dan 0,5 mg dienen de reagentia gecontroleerd en de onzuivere reagentia gezuiverd of vervangen te worden.

3.2. Werkwijze

3.2.1. Droog het kolfje (eventueel met kooksteentjes) in de droogstoof gedurende 30 min. tot 1 h. Laat het kolfje afkoelen tot de temperatuur van de weegkamer en weeg tot op 0,1 mg.

3.2.2. Weeg, hetzij rechtstreeks in de extractiebuis, hetzij door een verschilweging, ca. 1 g volle melkpoeder of ca. 1,5 g gedeeltelijk ontroomde of magere melkpoeder tot op 1 mg. Voeg 10 ml water toe en schud tot de melkpoeder volledig gedispergeerd is.

3.2.3. Voeg 1,5 ml ammonia 25 % toe of een equivalente hoeveelheid van een meer geconcentreerde oplossing. Verwarm gedurende 15 min. in het waterbad van 60–70°C en schud van tijd tot tijd. Koel daarna, b.v. in stromend water.

3.2.4. Voeg 10 ml ethanol toe en meng de vloeistoffen voorzichtig maar zorgvuldig in de open extractiebuis.

3.2.5. Voeg 25 ml diethylether toe, sluit de extractiebuis, schud krachtig gedurende 1 min. en keer daarbij de extractiebuis herhaalde malen. Koel zo nodig in stromend water.

3.2.6. Verwijder voorzichtig de stop en voeg 25 ml petroleumether toe; gebruik de eerste milliliters om de stop en de binnenzijde van de hals van de extractiebuis af te spoelen en laat de spoelvloeistof in de extractiebuis lopen. Sluit de extractiebuis, schud en keer deze herhaaldelijk om gedurende 30 sec. Schud niet te krachtig indien niet gecentrifugeerd wordt volgens alinea 3.2.7.

3.2.7. Laat de extractiebuis staan tot de bovenste vloeistoflaag helder is geworden en zich scherp van de waterlaag heeft gescheiden. Het scheiden van de lagen kan eveneens geschieden met behulp van een geschikte vonkvrije centrifuge.

3.2.8. Verwijder de stop, spoel deze evenals de binnenzijde van de hals van de extractiebuis met enkele milliliters van het mengsel van de oplosmiddelen, laat de spoelvloeistof in de extractiebuis lopen. Breng, door decanteren, de bovenste vloeistoflaag zorgvuldig en zo volledig mogelijk over in het kolfje (3.2.1.). Voeg eventueel een weinig water toe teneinde het scheidingsvlak van de twee vloeistofflagen hoger te brengen en het decanteren te vergemakkelijken.

3.2.9. Spoel de buiten- en de binnenzijde van de hals van de extractiebuis met enkele milliliters van het mengsel van oplosmidde-

len. Laat de spoelvloeistof van de buitenzijde van de extractiebuis in het kolfje vloeien en die van de binnenzijde van de hals in de extractiebuis.

3.2.10. Verricht een tweede extractie door de bewerkingen aangegeven in de alinea's 3.2.5. tot en met 3.2.9. te herhalen, gebruik daarbij slechts 15 ml diethylether en 15 ml petroleumether.

3.2.11. Verricht een derde extractie volgens 3.2.10 doch laat de laatste spoeling (3.2.9.) achterwege.

Opmerking

Bij magere melkpoeder is deze derde extractie niet nodig.

3.2.12. Verwijder zorgvuldig, hetzij door verdamping hetzij door destillatie, zoveel mogelijk van de oplosmiddelen (ethanol inbegrepen). Indien het kolfje een kleinere inhoud heeft zal het noodzakelijk zijn een gedeelte van de oplosmiddelen na elke extractie te verwijderen.

3.2.13. Verwarm, zodra geen geur van oplosmiddelen meer waarneembaar is, het kolfje liggend in de droogstoof gedurende 1 h.

3.2.14. Laat het kolfje afkoelen tot de temperatuur van de weegkamer zoals hierboven (3.2.1.) aangegeven en weeg het tot op 0,1 mg.

3.2.15. Herhaal de bewerkingen 3.2.13. en 3.2.14. met een verwarming gedurende 30 tot 60 min., tot de massa niet meer afneemt.

3.2.16. Voeg 15 tot 25 ml petroleumether toe om te controleren of de geëxtraheerde stoffen volledig oplosbaar zijn. Verwarm zacht en zwenk, tot al het vet opgelost is.

3.2.16.1. Indien de geëxtraheerde stoffen volledig in petroleumether oplossen is de massa vet het verschil tussen de wegingen 3.2.1. en 3.2.15.

3.2.16.2. Indien dit niet het geval is of in geval van twijfel en steeds bij geschillen, extraheer dan het vet in het kolfje volledig door herhaaldelijk wassen met warme petroleumether. Laat onopgeloste bestanddelen vóór het decanteren steeds bezinken. Spoel de buitenzijde van de hals van de kolf 3 maal.

Verwarm het kolfje liggend gedurende 1 h in de droogstoof, laat het afkoelen tot de temperatuur van de weegkamer zoals boven aangegeven (3.2.1.) en weeg tot op 0,1 mg. De massa vet is het verschil tussen de massa vastgesteld bij weging 3.2.15. en de massa bij deze uiteindelijke weging.

3.2.17. Bereken het vetgehalte van het monster, in massaprocenten, met de formule:

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \times 100$$

S

Waarin:

- M_1 = massa, in grammen, van het kolfje met het vet na de bewerking 3.2.15.
- M_2 = massa, in grammen, van het kolfje na de bewerking 3.2.1. of indien onoplosbare bestanddelen aanwezig waren, zie 3.2.16.2., na de bewerking 3.2.16.2.
- B_1 = massa, in grammen, van het kolfje van de blancoproef na de bewerking 3.2.15.
- B_2 = massa, in grammen van het kolfje van de blancoproef na de bewerking 3.2.1. of, indien onoplosbare bestanddelen aanwezig waren, zie 3.2.16.2, na de bewerking 3.2.16.2.
- S = massa, in grammen, van de ingewogen hoeveelheid monster.

4. Melkzuurgehalte

Reagentia

Alle reagentia dienen „pro analyse” kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Kopersulfaat-oplossing: los 250 g kopersulfaat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) op in water en verdun tot 1.000 ml.

Calciumhydroxide-suspensie: wrijf 300 g calciumhydroxide ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) aan met water in een mortier; gebruik in totaal 900 ml. Bewaar de verkregen suspensie in een goed gesloten fles.

Zwavelzuur: 95,5–97 % (m/m) H_2SO_4 .

Zwavelzuur-kopersulfaat-oplossing: voeg 0,5 ml kopersulfaat-oplossing toe aan 300 ml zwavelzuur en meng.

p.Hydroxidifenyil-reagens: los 1,5 g p.hydroxidifenyil ($\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}$) op in 10 ml 5 % NaOH-oplossing onder roeren en zacht verwarmen. Vul aan tot 100 ml met water.

Bewaar deze oplossing in een fles van bruin glas in het donker. Het reagens is niet langer dan 4 weken houdbaar.

Standaard melkzuuroplossing: los kort voor het gebruik 0,1067 g lithiumlactaat ($\text{CH}_3\text{CHOHCOOLi}$) op in water en verdun tot 1000 ml. Deze oplossing komt overeen met 0,1 mg melkzuur per ml.

Apparatuur en hulpstoffen

Analytische balans

Spectrofotometer of colorimeter, geschikt voor het meten bij een golflengte van 570 mm.

Waterbad van $30 \pm 2^\circ\text{C}$.

Kokend waterbad

Reageerbuizen (afmetingen 25 x 160 mm).

4.1. Werkwijze

4.1.1. Weeg $\frac{870}{a - 8,7}$ g van het monster af tot op 0,1 g.

(waarin a = het procentisch gehalte aan vetvrije droge melkbestanddelen van het monster). Los deze hoeveelheid op in 100 ml water.

4.1.2. Pipetteer van de aldus verkregen oplossing 5 ml in een maatkolf van 50 ml en verdun met water tot ongeveer 35 ml. Breng ten behoeve van een blancobepaling in een tweede maatkolf van 50 ml ongeveer 35 ml water. Behandel beide kolven als beschreven in 4.1.3.

4.1.3. Voeg onder voortdurend schudden 5 ml kopersulfaat-oplossing toe, laat de kolven gedurende 10 min. staan bij kamertemperatuur.

Voeg vervolgens op dezelfde wijze 5 ml calciumhydroxide-suspensie toe, laat de kolven wederom gedurende 10 min. staan bij kamertemperatuur. Vul aan met water tot 50 ml, schud krachtig tot de inhoud van de kolven homogeen is en filtreer; verwijder de eerste druppels van het filtraat.

4.1.4. Pipetteer in een reageerbuis 1 ml van het onder 4.1.3. verkregen filtraat en in een andere gelijke buis 1 ml van het filtraat verkregen door behandeling van het water met de klaringsvloeistoffen. Behandel beide buizen als volgt: voeg 6,0 ml zwavelzuur-kopersulfaat-oplossing toe en meng. Verwarm de buizen, los afgedekt, gedurende 5 min. in een kokend waterbad en koel snel af tot kamertemperatuur. Voeg 2 druppels p.hydroxidifenyln-reagens toe en schud krachtig teneinde het reagens zeer fijn in de vloeistof te verdelen.

Plaats de buizen in een waterbad van $30 \pm 2^\circ\text{C}$, laat ze er gedurende 15 min. in staan en schud van tijd tot tijd. Verhit de inhoud van de buizen, waarbij deze wederom los worden afgedekt, gedurende 90 sec. in een kokend waterbad en koel vervolgens snel af tot kamertemperatuur.

4.1.5. Meet het verschil in extinctie tussen beide vloeistoffen bij een golflengte van 570 nm.

Zet het verschil in extinctie met behulp van de ijklijn (4.2.) om in het percentage melkzuur in de gereconstitueerde melk bereid op de onder 4.1.1. beschreven wijze.

Herhaal het onderzoek, indien het percentage melkzuur in de gereconstitueerde melk groter dan 0,010 % blijkt te zijn, met een passende verdunning van het filtraat, verkregen onder 4.1.3.

4.2. IJklijn

Pipetteer in een vijftal maatkolven van 50 ml telkens 5 ml gereconstitueerde melk bereid uit melkpoeder op de wijze als aangegeven onder 4.1.1. Dit melkpoeder dient deugdelijk te zijn en bereid uit melk die geen of nagenoeg geen verzuringsmelkzuur bevat.

Breng in deze maatkolven respectievelijk 0–1–2–3 en 4 ml van de standaardmelkzuuroplossing en vul aan met water tot ongeveer 35 ml. Hierdoor ontstaat een reeks met resp. 0 – 0,002 – 0,004 – 0,006 – 0,008 % toegevoegd melkzuur aan de gereconstitueerde melk.

Handel verder als beschreven onder 4.1.3. en 4.1.4. en meet de extinctie tegen water. Zet deze extinctie af als functie van het percentage toegevoegd melkzuur. Trek door de punten de best passende rechte en verplaats deze evenwijdig aan zichzelf naar de oorsprong. De ijklijn behoort een rechte te zijn.

4.3. Beoordeling van het resultaat

Melkzuur wordt geacht slechts in sporen aanwezig te zijn indien het gehalte verkregen volgens 4.1.5. niet meer dan 0,020 % bedraagt.

5. Fosfatase

Verricht de fosfataseproef volgens het onder 5.1. gegeven voorschrift. Bevestig een positief resultaat met het onder 5.2. gegeven voorschrift.

5.1. Fosfatase; kwalitatief

Reagentia

Alle reagentia dienen „pro analyse” kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Substraatoplossing: los 0,11 g dinatriumfenylfosfaat ($C_6H_5OPO_3Na_2 \cdot 2H_2O$) op in 80 à 90 ml water, voeg hierbij 3 ml 0,25 natriumcarbonaatoplossing (2,65 g watervrij natriumcarbonaat per 100 ml) en vul aan tot 100 ml. Bereid dagelijks een verse oplossing.

B.C.C.-reagens: los 23 mg 2,6-dibroomchinon-4-chloorimide ($O=C_6H_2Br_2=NCl$) op in 5 ml ethanol 96 % (v/v). Bewaar de oplossing op een koele donkere plaats en niet langer dan 4 weken.

Iso-amylalcohol; neutraal t.o.v. broomthymolblauw. Neutraliseer zo nodig met 0,1 n natriumhydroxide-oplossing.

5.1.1. Werkwijze

5.1.1.1. Maak van het monster met water zonder verwarming een zodanige oplossing dat de concentratie aan vetvrije droge melkbestanddelen ongeveer overeenkomt met die van ondermelk.

5.1.1.2. Pipetteer in twee reageerbuizen elk 0,5 ml van de aldus bereide oplossing zonder de wanden te bevochtigen. Plaats één der beide buizen gedurende 5 min. in een kokend waterbad en koel daarna af tot kamertemperatuur.

5.1.1.3. Voeg aan beide reageerbuizen met een meetpipet 5 ml van de substraatoplossing toe en bewaar deze afgedekt bij een temperatuur tussen 30 en 35°C gedurende 1 h.

5.1.1.4. Voeg 6 druppels van het B.C.C.-reagens toe en meng. Vergelijk na 5 min. de kleuren van beide buizen.

5.1.1.5. Indien de inhoud van de buis met de verhitte melk zwaker gekleurd is dan die van de andere buis wordt de reactie geacht positief te zijn.

5.1.1.6. Voeg in twijfelgevallen aan beide buizen 2 ml iso-amylalcohol toe. Keer de buizen daarop achtmaal voorzichtig om, telkens wachtend totdat de vloeistoflagen zich gescheiden hebben. Eventueel gevormde blauwe of blauwgroene kleurstof lost in de heldere bovenlaag op, waardoor de kleurvergelijking aanzienlijk wordt verscherpt.

Opmerking

Grote reinheid van buizen, pipetten, stoppen enz. is een eerste eis, daar geringe verontreinigingen b.v. met fenolen en daarmee verwante stoffen een positieve reactie kunnen veroorzaken. Voorts bedenken dat speeksel fosfatase bevat.

5.2. Fosfatase; kwantitatief

Reagentia

Alle reagentia dienen „pro analyse” kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water en vers gekookt.

Bariumboraatbuffer, pH 10,6 ± 0,1

Vermijd intensief contact tussen de buffer en lucht, in verband met ongewenste carbonaatvorming.

Los 25,0 g carbonaatvrij bariumhydroxide ($\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) onder verwarmen op in water. Koel af tot kamertemperatuur en verdun tot 500 ml.

Los 11,0 g boorzuur (H_3BO_3) op in water en verdun tot 500 ml.

Verwarm beide oplossingen tot 50°C, voeg ze bijeen en meng zorgvuldig. Koel het mengsel af tot kamertemperatuur. Breng zonodig de pH met bariumhydroxide-oplossing op 10,6 ± 0,1 en filtreer snel.

Bewaar de oplossing in een goed gesloten fles.

Verdun de oplossing vóór gebruik met een gelijk volume water.

Natriummetaboraat-oplossing: los 6,0 g watervrij natriummetaboraat (NaBO_2) of 12,6 g natriummetaboraat ($\text{NaBO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) en 20,0 g natriumchloride (NaCl) op in water en verdun tot 1.000 ml.

Gebufferde-substraatoplossing: los 0,5 g dinatriumfenylfosfaat ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OPO}_3\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) op in 4,5 ml natriummetaboraat-oplossing.

Verwijder uit deze oplossing eventueel aanwezige vrij fenol. Voeg hiertoe 1 druppel B.C.C.-reagens toe en laat de oplossing gedurende 30 min. staan. Schud de eventueel gevormd blauwe kleurstof uit met 2,5 ml butanol-1 en werp de butanol weg. Herhaal deze extractie zo nodig totdat de butanollaag ongekleurd blijft.

Deze geconcentreerde oplossing kan gedurende enkele dagen worden bewaard in een koelkast. Herhaal de kleurontwikkeling en de extractie dagelijks vóór het gebruik van de oplossing.

Pipetteer voor het bereiden van de gebufferde-substraatoplossing 1 ml van de vorige oplossing in een maatkolf van 100 ml en vul deze aan met de bariumboraatbuffer. Bereid deze gebufferde-substraatoplossing onmiddellijk vóór het gebruik.

Zink-kopersulfaat reagens: los 3,0 zinksulfaat ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) en 0,6 g kopersulfaat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) op in water en vul aan tot 100 ml.

B.C.C.-reagens: los 0,040 g 2,6-dibroomchinon-4-chloorimide ($\text{O}=\text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_2=\text{NCl}$) op in 10 ml ethanol 96 % (v/v).

Bewaar de oplossing in een fles van bruin glas in een koelkast.

Verdunningsvloeistof: verdun 10 ml natriummetaboraat-oplossing tot 100 ml met water.

Kopersulfaat-oplossing: los 0,05 g kopersulfaat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) op in water en vul aan tot 100 ml.

Standaardoplossing, 200 μg fenol per ml: los $0,200 \pm 0,001$ g kleurloze en kristallijne fenol op in water en verdun tot 100 ml. Deze oplossing kan in de koelkast gedurende enkele maanden bewaard worden.

Verdun 10 ml van deze oplossing tot 100 ml met water.

Indien het fenol niet kleurloos en kristallijn is, zuiver het dan door destillatie.

Apparatuur en hulpstoffen

Balans, waarop tot op 1 mg nauwkeurig kan worden gewogen.

Spectrofotometer, geschikt voor het meten bij een golflengte van 610 nm, met bijbehorende cuvetten.

Waterbad, thermostatisch geregeld op een temperatuur van $37 \pm 1^\circ\text{C}$.

Reageerbuizen, met een inwendige diameter van 16 tot 18 mm.

Filtreerpapier voor kwalitatieve doeleinden, langzaam filterend voor fijne neerslagen.

Voorzorgsmaatregelen

Verricht de bepaling niet in direct zonlicht, doch bij diffuus daglicht of bij kunstlicht.

Reinig al het glaswerk zorgvuldig en spoel het daarna met uitgekookt gedestilleerd water of stoom het uit. Gebruik geen reinigingsmiddelen en desinfectiemiddelen die fenolen bevatten.

Gebruik voor het afsluiten van het glaswerk geen stoppen van kunststof; deze kunnen fenolen bevatten.

Vermijd bij het pipetteren verontreiniging van de vloeistoffen met speeksel, dit bevat fosfatase.

5.2.1. Werkwijze

5.2.1.1. Weeg $\frac{870}{a - 8,7}$ g van het monster af tot op 0,1 g (waarin

a = het procentisch gehalte aan vetvrije droge melkbestanddelen van het monster).

Los deze hoeveelheid op in 100 ml water. De oplostemperatuur mag nooit hoger zijn dan 35°C.

5.2.1.2. Pipetteer in 2 reageerbuizen elk 1 ml van de onder 5.2.1.1. bereide gereconstitueerde melk.

5.2.1.3. Verwarm één der buizen in kokend water gedurende 2 min. en koel deze af tot kamertemperatuur. De inhoud dient voor de blancobepaling.

Behandel hierop beide buizen zoals hieronder aangegeven.

5.2.1.4. Voeg 10 ml gebufferde-substraatoplossing toe, meng en plaats de buizen in het waterbad van $37 \pm 1^\circ\text{C}$.

5.2.1.5. Laat de buizen gedurende 60 min. in het waterbad staan, wervel gedurende deze tijd de vloeistof in de buizen af en toe rond.

5.2.1.6. Verwarm direct daarop de buizen in kokend water gedurende 1 min. en koel snel af tot kamertemperatuur.

5.2.1.7. Voeg 1 ml zink-kopersulfaat reagens toe, meng en filtreer door droog filterpapier. Werp de eerste druppels filtraat weg. Het filtraat moet volkomen helder zijn, filtreer zo nodig nogmaals over hetzelfde filter.

5.2.1.8. Pipetteer van elk filtraat 5 ml in een reageerbuis, voeg 5 ml natriummetabooraatoplossing toe en 0,1 ml B.C.C.-reagens. Laat de buizen bij kamertemperatuur staan gedurende 30 min.

5.2.1.9. Meet de extinctie van de monsteroplossing tegen de blanco bij een golflengte van 610 nm.

5.2.1.10. Herhaal de bepaling indien blijkt dat de extinctie van de gereconstitueerde melk die van de ijkvloeistof met 20 μg fenol

per ml overschrijdt. Bereid een passende verdunning van het monster door gereconstitueerde melk als verkregen onder 5.2.1.1. te verdunnen met een passende hoeveelheid gereconstitueerde melk waarin de fosfatase vernietigd is door verhitting op een wijze als beschreven onder 5.2.1.3.

5.2.2. IJklijn.

5.2.2.1. Pipetteer, elk in een maatkolf van 100 ml: 2,5–5–7,5 en 10 ml van de standaardoplossing en vul aan met water.

5.2.2.2. Pipetteer in 5 reageerbuizen 1 ml water, resp. 1 ml van elke ijkvloeistof (5.2.2.1.) teneinde een vergelijkingsreeks te verkrijgen met resp. 0–5–10–15 en 20 μg fenol.

5.2.2.3. Voeg achtereenvolgens aan elke buis toe 1 ml kopersulfaat-oplossing, 5 ml verdunningsvloeistof, 3 ml water en 0,1 ml B.C.C.-reagens; meng. Laat de buizen bij kamertemperatuur staan gedurende 30 min.

5.2.2.4. Meet de extinctie van de reeksleden tegen water bij een golflengte van 610 nm.

5.2.2.5. Zet in een grafiek de gemeten extincties uit tegen de hoeveelheden fenol in μg , als vermeld onder (5.2.2.2.) en trek door de punten de beste passende rechte. Construeer de ijklijn evenwijdig aan deze rechte door de oorsprong.

5.2.3. Berekening.

5.2.3.1. Zet de extinctie, vastgesteld onder 5.2.1.9. met behulp van de ijklijn of met behulp van een uit deze ijklijn berekende factor, om in μg fenol.

5.2.3.2. De fosfatase-activiteit, uitgedrukt in μg fenol per ml gereconstitueerde melk, is:

$$2,4 \times P$$

waarin P = het aantal μg fenol volgens 5.2.3.1.

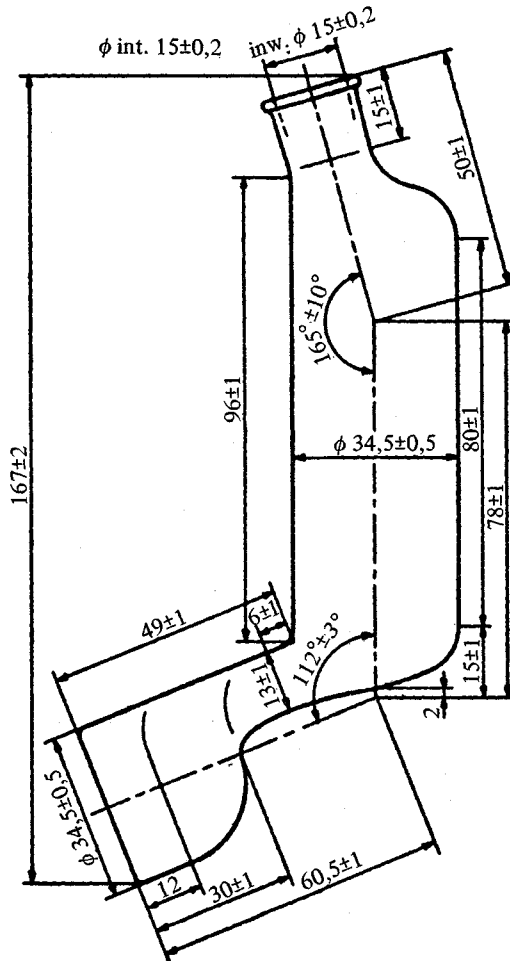
5.2.3.3. Indien verdund is op de onder 5.2.1.10. beschreven wijze, vermenigvuldig dan het onder 5.2.3.2. verkregen resultaat met verdunningsfactor.

5.2.4. Beoordeling van het resultaat.

Fosfatase wordt afwezig geacht indien de fosfatase-activiteit 4 μg fenol of minder per ml gereconstitueerde melk bedraagt.

Mesures en mm
Maten in mm

Tube à extraction suivant Mojonnier
conicité intérieure du col 1:10
Extractiebuis volgens Mojonnier
hals inw. conisch 1:10



inhoud van het voetje $21,5 \pm 0,5$ ml
glasdikte $1,25 \pm 0,25$ mm
contenu du pied $21,5 \pm 0,5$ ml
épaisseur du verre $1,25 \pm 0,25$ mm

Op 17 juli 1973 heeft het Comité van Ministers de volgende Beschikking betreffende de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek inzake geëvaporeerde en gecondenseerde melk vastgesteld:

**Beschikking van het Comité van Ministers van de
Benelux Economische Unie betreffende de toepassing
van Benelux-referentiemethoden van onderzoek
inzake geëvaporeerde en gecondenseerde melk
M(73)12**

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 de belemmeringen van het vrije verkeer,

Gelet op de Aanbeveling van het Comité van Ministers van 25 oktober 1965, inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende geëvaporeerde en gecondenseerde melk, M (65) 6,

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

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

Overwegende dat de Aanbeveling van het Comité van Ministers van 11 december 1968 inzake de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek betreffende geëvaporeerde en gecondenseerde melk, M (68) 50, dient te worden vervangen door een Beschikking waarin rekening wordt gehouden met de laatste ontwikkelingen op dit gebied, met name op het internationale vlak,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

De Regeringen der drie Beneluxlanden nemen vóór 1 oktober 1973 de nodige maatregelen om de bijgaande analysemethoden van onderzoek inzake geëvaporeerde en gecondenseerde melk als enig geldende referentiemethoden in hun wetgeving op te nemen.

Artikel 2

De Aanbeveling van het Comité van Ministers van 11 december 1968 inzake de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek behorende bij de Aanbeveling M (65) 6 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende geëvaporeerde en gecondenseerde melk, M (68) 50, vervalt.

GEDAAN te Brussel, op 17 juli 1973.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) L. J. BRINKHORST

Analysemethoden van onderzoek inzake geëvaporeerde en gecondenseerde melk

1. Voorbehandeling van het monster

1.1. Monster bestemd voor chemisch onderzoek

1.1.1. Geëvaporeerde melk

Schud en kantel de verpakking (gekoeld bewaarde monsters dienen van te voren op ca. 20°C te worden gebracht). Open de verpakking. Giet de inhoud langzaam over in een monsterpot, voorzien van een goed passend deksel. Meng door herhaald overgieten, daarbij ervoor zorgend dat al het vet of andere bestanddelen die aan de wand of de bodem van de oorspronkelijke verpakking gehecht zijn, in het monster worden opgenomen. Breng tenslotte de geëvaporeerde melk zo volledig mogelijk over in de monsterpot en sluit deze.

Verwarm zonodig de gesloten verpakking in een waterbad van 40–60°C. Schud de verpakking om de 15 min. krachtig. Neem na 2 h de verpakking uit het waterbad en laat afkoelen tot kamertemperatuur. Verwijder het gehele deksel en meng de inhoud zorgvuldig door roeren met een lepel of spatel (onderzoek het monster niet als zich vet heeft afgescheiden).

1.1.2. Gecondenseerde melk met suiker

Open de verpakking en meng de inhoud zorgvuldig met een lepel of spatel (gekoeld bewaarde monsters dienen van tevoren op ca. 20°C te worden gebracht). Roer met een op en neergaande bewe-

ging zodat de bovenste en onderste lagen goed met de overige inhoud worden gemengd. Zorg er voor dat alle bestanddelen die aan de wand, bodem en deksel gehecht zijn eveneens in het monster worden opgenomen. Breng de inhoud vervolgens zo volledig mogelijk over in een monsterpot, voorzien van een goed sluitend deksel, en sluit deze.

Verwarm zonodig de gesloten verpakking in een waterbad van 30–40°C. Open de verpakking, schraap alle bestanddelen die aan de binnenzijde van de verpakking gehecht zijn los en breng de inhoud over in een monsterpot van zodanige grootte dat grondig kan worden gemengd. Roer vervolgens tot de gehele massa homogeen is en sluit de monsterpot.

Breng, wanneer de verpakkingseenheid een tube is, de inhoud daarvan over in een monsterpot. Snijd de tube open, schraap alle aan de wand gehechte bestanddelen los, breng deze eveneens over in de monsterpot en meng zorgvuldig. Sluit de pot met een goed sluitend deksel.

1.2. Monster bestemd voor microbiologisch onderzoek

1.2.1. Geëvaporeerde melk ¹⁾

1.2.2. Gecondenseerde melk met suiker ¹⁾

2. Droge stofgehalte

Apparatuur en hulpstoffen

Analytische balans

Schaaltjes bij voorkeur van aluminium, nikkel of roestvrij staal. De schaaltes moeten voorzien zijn van goed passende deksels die gemakkelijk afgenomen kunnen worden. De meest geschikte afmetingen zijn: diameter 6 tot 8 cm, diepte ca. 2,5 cm.

Droogstoof, goed geventileerd, voorzien van een thermostaat en geregeld op $102 \pm 2^\circ\text{C}$. In de gehele stoof dient een gelijke temperatuur te heersen.

Exsiccator, voorzien van silicagel met vochtigheidsindicator.

Kwartszand of zeezand, met zoutzuur behandeld, dat een zeef met 10 openingen per cm passeert maar door een zeef met 40 openingen per cm wordt tegengehouden en voldoet aan de volgende controlebepaling.

¹⁾ Deze methode zal worden beschreven in een aanvulling bij deze analysemethoden van onderzoek.

Verwarm ongeveer 25 g zand gedurende 2 h in de droogstoof en weeg, een en ander zoals aangegeven in 2.1.1. tot 2.1.3. Bevochtig met gedestilleerd water, verwarm in de droogstoof en weeg opnieuw. Het verschil tussen beide wegingen mag niet meer dan 2,0 mg bedragen.

Zet voor de reiniging van nog niet met zoutzuur behandeld zand of van zand dat niet aan de controlebepaling voldoet, het zand gedurende 3 dagen, onder af en toe roeren, weg onder zoutzuur 25 %. Was vervolgens tot zuurvrij en droog tenslotte bij 160°C.

Korte glazen staafjes

Waterbad, flink kokend

2.1. Werkwijze:

2.1.1. Breng ca. 25 g zand en een kort glasstaafje in een schaalte.

2.1.2. Verwarm het schaalte met de inhoud en het afgenomen deksel in de droogstoof gedurende 2 h.

2.1.3. Plaats het gesloten schaalte in een exsiccator, laat afkoelen tot kamertemperatuur en weeg tot op 0,1 mg.

2.1.4. Schuif het zand naar één kant van het schaalte. Breng in de vrijgekomen ruimte ongeveer 1,5 g van het goed gemengde monster, sluit het schaalte en weeg tot op 0,1 mg.

2.1.5. Neem het deksel af, voeg 5 ml gedestilleerd water toe en meng dit met het monster met behulp van het staafje. Verdeel vervolgens het mengsel over het zand. Laat het staafje in het mengsel staan.

2.1.6. Verwarm het schaalte op het flink kokend waterbad tot het vocht verdampt is; dit is gewoonlijk in 20 min. het geval. Roer daarbij van tijd tot tijd voorzichtig dooreen.

2.1.7. Verwarm het schaalte en het afgenomen deksel in de droogstoof gedurende 1½ h.

2.1.8. Sluit het schaalte, plaats het in de exsiccator, laat afkoelen tot kamertemperatuur en weeg tot op 0,1 mg.

2.1.9. Neem het deksel van het schaalte en verwarm schaalte en deksel in de droogstoof gedurende 1 h.

2.1.10. Handel zoals omschreven onder 2.1.8.

2.1.11. Herhaal 2.1.9. en 2.1.10. tot het massaverlies tussen twee opeenvolgende wegingen niet meer dan 0,5 mg bedraagt of tot de massa toeneemt. Neem voor de berekening de kleinste massa.

2.1.12. Bereken het gehalte aan droge stof van het monster, in massaprocenten, met de formule:

$$\frac{M_2 - M_1}{S} \times 100$$

waarin:

M_1 = massa, in grammen, van het schaalpje volgens 2.1.3.

M_2 = massa, in grammen, van het schaalpje volgens 2.1.8., 2.1.10 of 2.1.11.

S = massa, in grammen, van de ingewogen hoeveelheid monster.

3. Vetgehalte

Reagentia

Alle reagentia dienen „pro analyse” kwaliteit te zijn en mogen na verdampen geen grotere rest achterlaten dan aangegeven voor de blancoproef (3.1.). Indien nodig kunnen de reagentia opnieuw gedestilleerd worden na toevoeging van ongeveer 1 g botervet per 100 ml oplosmiddel.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Ammonia, ca. 25 % (m/m) NH_3 (densiteit bij 20°C ca. 0,91 g/ml), of een meer geconcentreerde oplossing van bekend gehalte.

Ethanol, 96 ± 2 % (v/v) of, indien niet voorhanden, ethanol genatureerd met methanol, ethyl-methyl-keton, benzeen of petroleumether.

Diethylether, peroxidevrij

Opmerking

Controleer of de diethylether peroxiden bevat. Breng daartoe in een van te voren met koolzuurgas gespoelde konische kolf met ingeslepen stop, 50 ml van de diethylether. Spoel opnieuw met koolzuurgas en breng zo snel mogelijk 15 ml ijsazijn en 1 ml kaliumjodide 20 % oplossing in de kolf en sluit deze direct af. Schud de kolf zonder dat de vloeistof de glazen stop bevochtigt en bewaar de kolf gedurende 5 min. in het donker. Voeg 75 ml water toe, meng en voeg vervolgens 5 ml stijfseloplossing toe. Peroxiden zijn afwezig indien de lagen kleurloos blijven.

Petroleumether, kooktraject tussen 30 en 60°C.

Mengsel van oplosmiddelen, kort tevoren bereid door mengen van gelijke volumina diethylether en petroleumether.

(Waar het gebruik van het mengsel van oplosmiddelen is voorgeschreven mag ook diethylether of petroleumether worden gebruikt).

Apparatuur en hulpstoffen

Analytische balans

Extractiebuisen volgens Mojonnier (zie schets blz. 24¹⁾) voorzien van geslepen glazen stoppen, kurken of andere stoppen die door de gebruikte oplosmiddelen niet worden aangetast.

Extraheer kurken van goede kwaliteit achtereenvolgens met diethylether en petroleumether. Dompel de aldus behandelde kurken in water van tenminste 60°C, houd het water tenminste 20 min. op deze temperatuur en laat vervolgens afkoelen zodat de kurken, op het tijdstip van gebruik, met water verzadigd zijn.

Dunwandige kolfjes met platte bodem, van 150 tot 250 ml.

Droogstoof, goed geventileerd, met thermostaat (temperatuur geregeld op $102 \pm 2^\circ\text{C}$) of vacuümstoof (temperatuur 70–75°C, druk lager dan 50 mm Hg).

Kooksteentjes, vetvrij, niet poreus of broos, bij voorbeeld glaskralen of stukjes siliciumcarbide (het gebruik van deze kooksteentjes is facultatief, zie alinea 3.2.1.).

3.1. Blancoproef

Verricht, gelijktijdig met de bepaling van het vetgehalte van het monster, een blancoproef met 10 ml water. Volg daarbij de werkwijze hieronder beschreven met uitsluiting van alinea 3.2.2. Indien het resultaat van de blancoproef meer bedraagt dan 0,5 mg dienen de reagentia gecontroleerd en de onzuivere reagentia gezuiverd of vervangen te worden.

3.2. Werkwijze

3.2.1. Droog het kolfje (eventueel met kooksteentjes) in de droogstoof gedurende 30 min. tot 1 h. Laat het kolfje afkoelen tot de temperatuur van de weegkamer en weeg tot op 0,1 mg.

3.2.2. Roer het voorbehandelde monster en weeg direct daarop, hetzij rechtstreeks, hetzij door een verschilweging, 4 tot 5 g van het goed gemengde monster tot op 1 mg in de extractiebuis. Voeg ca. 7 ml water toe en zwenk onder zacht verwarmen (40 tot 50°C) tot het produkt volledig gedispergeerd is.

3.2.3. Voeg 1,5 ml ammonia 25 % toe of een equivalente hoeveelheid van een meer geconcentreerde oplossing en meng.

3.2.4. Voeg 10 ml ethanol toe en meng de vloeistoffen voorzichtig maar zorgvuldig in de open extractiebuis.

¹⁾ Blz. 42 van dit *Tractatenblad*.

3.2.5. Voeg 25 ml diethylether toe, sluit de extractiebuis, schud krachtig gedurende 1 min. en keer daarbij de extractiebuis herhaalde malen. Koel zonodig in stromend water.

3.2.6. Verwijder voorzichtig de stop en voeg 25 ml petroleum-ether toe; gebruik de eerste milliliters om de stop en de binnenzijde van de hals van de extractiebuis af te spoelen en laat de spoelvloeistof in de extractiebuis lopen. Sluit de extractiebuis, schud en keer deze herhaaldelijk om gedurende 30 sec. Schud niet te krachtig indien niet gecentrifugeerd wordt volgens alinea 3.2.7.

3.2.7. Laat de extractiebuis staan tot de bovenste vloeistoflaag helder is geworden en zich scherp van de waterlaag heeft gescheiden. Het scheiden van de lagen kan eveneens geschieden met behulp van een geschikte vonkvrije centrifuge.

3.2.8. Verwijder de stop, spoel deze evenals de binnenzijde van de hals van de extractiebuis met enkele milliliters van het mengsel van de oplosmiddelen, laat de spoelvloeistof in de extractiebuis lopen. Breng, door decanteren, de bovenste vloeistoflaag zorgvuldig en zo volledig mogelijk over in het kolfje (3.2.1.). Voeg eventueel een weinig water toe teneinde het scheidingsvlak van de twee vloeistoflagen hoger te brengen en het decanteren te vergemakkelijken.

3.2.9. Spoel de buiten- en de binnenzijde van de hals van de extractiebuis met enkele milliliters van het mengsel van oplosmiddelen. Laat de spoelvloeistof van de buitenzijde van de extractiebuis in het kolfje vloeien en die van de binnenzijde van de hals in de extractiebuis.

3.2.10. Verricht een tweede extractie door de bewerkingen aangegeven in de alinea's 3.2.4. tot en met 3.2.9. te herhalen; gebruik daarbij slechts 5 ml ethanol, 15 ml diethylether en 15 ml petroleum-ether.

3.2.11. Verricht een derde extractie volgens 3.2.10. doch laat de toevoeging van ethanol en de laatste spoeling achterwege (3.2.9.).

Opmerking

Bij geëvaporeerde afgeroomde melk en bij gecondenseerde afgeroomde melk met suiker is deze derde extractie niet nodig.

3.2.12. Verwijder zorgvuldig, hetzij door verdamping, hetzij door destillatie, zoveel mogelijk van de oplosmiddelen (ethanol inbegrepen). Indien het kolfje een kleine inhoud heeft zal het noodzakelijk zijn een gedeelte van de oplosmiddelen na elke extractie te verwijderen.

3.2.13. Verwarm, zodra geen geur van oplosmiddelen meer waarneembaar is, het kolfje liggend in de droogstoof gedurende 1 h.

3.2.14. Laat het kolfje afkoelen tot de temperatuur van de weegkamer zoals hierboven (3.2.1.) aangegeven en weeg het tot op 0,1 mg.

3.2.15. Herhaal de bewerkingen 3.2.13 en 3.2.14 met een verwarming gedurende 30 tot 60 min., tot de massa niet meer afneemt.

3.2.16. Voeg 15 tot 25 ml petroleumether toe om te controleren of de geëxtraeerde stoffen volledig oplosbaar zijn. Verwarm zacht en zwenk, tot al het vet opgelost is.

3.2.16.1. Indien de geëxtraeerde stoffen volledig in petroleumether oplossen, is de massa vet het verschil tussen de wegingen 3.2.1. en 3.2.15.

3.2.16.2. Indien dit niet het geval is of in geval van twijfel en steeds bij geschillen, extraheer dan het vet in het kolfje volledig door herhaaldelijk wassen met warme petroleumether. Laat onopgeloste bestanddelen vóór het decanteren steeds bezinken. Spoel de buitenzijde van de hals van de kolf 3 maal.

Verwarm het kolfje liggend gedurende 1 h in de droogstoof, laat het afkoelen tot de temperatuur van de weegkamer zoals boven aangegeven (3.2.1.) en weeg tot op 0,1 mg. De massa vet is het verschil tussen de massa vastgesteld bij weging 3.2.15. en de massa bij deze uiteindelijke weging.

3.2.17. Bereken het vetgehalte van het monster, in massaprocenten, met de formule:

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \times 100$$

waarin:

M_1 = massa, in grammen, van het kolfje met het vet na de bewerking 3.2.15.

M_2 = massa, in grammen, van het kolfje na de bewerking 3.2.1. of, indien onoplosbare bestanddelen aanwezig waren (zie 3.2.16.2.), na de bewerking 3.2.16.2.

B_1 = massa, in grammen, van het kolfje van de blancoproef na de bewerking 3.2.15.

B_2 = massa, in grammen, van het kolfje van de blancoproef na de bewerking 3.2.1. of, indien onoplosbare bestanddelen aanwezig waren (zie 3.2.16.2.), na de bewerking 3.2.16.2.

S = massa, in grammen, van de ingewogen hoeveelheid monster.

4. Melkzuurgehalte

4.1. Geëvaporeerde melk

Reagentia

Alle reagentia dienen „pro analyse” kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Kopersulfaat-oplossing: los 250 g kopersulfaat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) op in water en verdun tot 1.000 ml.

Calciumhydroxide-suspensie: wrijf 300 g calciumhydroxide ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) aan met water in een mortier; gebruik in totaal 900 ml. Bewaar de verkregen suspensie in een goed gesloten fles.

Zwavelzuur: 95,5–97 % (m/m) H_2SO_4 .

Zwavelzuur-kopersulfaat-oplossing: voeg 0,5 ml kopersulfaat-oplossing toe aan 300 ml zwavelzuur en meng.

p-Hydroxidifenyyl-reagens: los 1,5 g p-hydroxidifenyyl ($\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$) op in 10 ml 5% NaOH-oplossing onder roeren en zacht verwarmen. Vul aan tot 100 ml met water. Bewaar deze oplossing in een fles van bruin glas in het donker. Het reagens is niet langer dan 4 weken houdbaar.

Standaard-melkzuuroplossing: los kort voor het gebruik 0,1067 g lithiumlactaat ($\text{CH}_3\text{CHOHCOOLi}$) op in water en verdun tot 1.000 ml. Deze oplossing komt overeen met 0,1 mg melkzuur per ml.

Apparatuur en hulpstoffen

Analytische balans

Spectrofotometer of colorimeter, geschikt voor het meten bij een golflengte van 570 nm.

Waterbad van $30 \pm 2^\circ\text{C}$

Kokend waterbad

Reageerbuizen (afmetingen 25 x 160 mm)

4.1.1. Werkwijze

4.1.1.1. Weeg $\frac{87}{a - 8,7}$ g van het monster af tot op 0,1 g

(waarin a = het procentisch gehalte aan vetvrije droge melkbestanddelen van het monster). Verdun deze hoeveelheid met 10 ml water.

4.1.1.2. Pipetteer van de aldus verkregen oplossing 5 ml in een maatkolf van 50 ml en verdun met water tot ongeveer 35 ml. Breng ten behoeve van een blancobepaling in een tweede maatkolf van 50 ml ongeveer 35 ml water. Behandel beide kolven als beschreven in 4.1.1.3.

4.1.1.3. Voeg onder voortdurend schudden 5 ml kopersulfaat-oplossing toe, laat de kolven gedurende 10 min. staan bij kamertemperatuur.

Voeg vervolgens op dezelfde wijze 5 ml calciumhydroxide-suspensie toe, laat de kolven wederom 10 min. staan bij kamertemperatuur. Vul aan met water, tot 50 ml, schud krachtig tot de inhoud van de kolven homogeen is en filtreer; verwijder de eerste druppels van het filtraat.

4.1.1.4. Pipetteer in een reageerbuis 1 ml van het onder 4.1.1.3. verkregen filtraat en in een andere gelijke buis 1 ml van het filtraat verkregen door behandeling van het water met de klaringsvloei-stoffen. Behandel beide buizen als volgt: voeg 6,0 ml zwavelzuurkopersulfaat-oplossing toe en meng. Verwarm de buizen, los afgedekt, gedurende 5 min. in een kokend waterbad en koel snel af tot kamertemperatuur. Voeg 2 druppels p-hydroxidifenyl-reagens toe en schud krachtig teneinde het reagens zeer fijn in de vloeistof te verdelen.

Plaats de buizen in een waterbad van $30 \pm 2^\circ\text{C}$, laat ze er gedurende 15 min. in staan en schud van tijd tot tijd.

Verhit de inhoud van de buizen, waarbij deze wederom los worden afgedekt, gedurende 90 sec. in een kokend waterbad en koel vervolgens snel af tot kamertemperatuur.

4.1.1.5. Meet het verschil in extinctie tussen beide vloeistoffen bij een golflengte van 570 nm.

Zet het verschil in extinctie met behulp van de ijklijn (4.1.2.) om in het percentage melkzuur in de gereconstitueerde melk bereid op de onder 4.1.1.1. beschreven wijze.

Herhaal het onderzoek, indien het percentage melkzuur in de gereconstitueerde melk groter dan 0,010% blijkt te zijn, met een passende verdunning van het filtraat verkregen onder 4.1.1.3.

4.1.2. Ijklijn

Pipetteer in een vijftal maatkolven van 50 ml telkens 5 ml gereconstitueerde melk bereid uit geëvaporeerde melk op de wijze aangegeven onder 4.1.1.1. Deze geëvaporeerde melk dient deugdelijk te zijn en bereid uit melk die geen of nagenoeg geen verzuringsmelkzuur bevat.

Breng in deze kolven respectievelijk 0 – 1 – 2 – 3 en 4 ml van de standaard-melkzuuroplossing en vul aan met water tot ongeveer 35 ml. Hierdoor ontstaat een reeks met resp. 0 – 0,002 – 0,004 – 0,006 en 0,008% toegevoegd melkzuur aan de gereconstitueerde melk.

Handel verder als beschreven onder 4.1.1.3. en 4.1.1.4. en meet de extinctie tegen water. Zet deze extincties af als functie van het percentage toegevoegd melkzuur. Trek door de punten de best passende rechte en verplaats deze evenwijdig aan zichzelf naar de oorsprong. De ijklijn behoort een rechte te zijn.

4.1.3. Beoordeling van het resultaat

Melkzuur wordt geacht slechts in sporen aanwezig te zijn indien het gehalte verkregen volgens 4.1.1.5. niet meer dan 0,020% bedraagt.

4.2. Gecondenseerde melk met suiker

Reagentia

Alle reagentia dienen „pro analyse” kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van destilleerd water.

Verdund zwavelzuur: ca. 1 n H_2SO_4 .

Zwavelzuur 1 : 1; meng 1 volume sterk zwavelzuur (ca. 96% m/m H_2SO_4) met 1 volume water.

Fosfowolframzuuroplossing: los 20 g fosfowolframzuur ($12\text{WO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) op in water en verdun tot 100 ml.

Natriumsulfaat watervrij (Na_2SO_4).

Diethylether, (peroxidevrij): schud ca. 1 l diethylether kort voor gebruik met 90 ml water en 10 ml van een ijzer (II) sulfaatoplossing (bereid door 60 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ op te lossen in 110 ml water waaraan 6 ml geconcentreerd zwavelzuur is toegevoegd). Was vervolgens tweemaal met 100 ml water. Gebruik deze diethylether slechts op de dag van reiniging.

Zwavelzuur: 95,5–97% (m/m) H_2SO_4

Kopersulfaatoplossing: los 25 g kopersulfaat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) op in water en verdun tot 100 ml.

Zwavelzuur-kopersulfaatoplossing: voeg 0,5 ml kopersulfaatoplossing toe aan 300 ml zwavelzuur en meng.

p-Hydroxidifenyl-reagens: los 1,5 g p-hydroxidifenyl ($\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$) op in 10 ml 5% NaOH-oplossing onder roeren en zacht verwarmen. Vul aan tot 100 ml met water.

Bewaar deze oplossing in een fles van bruin glas in het donker. Het reagens is niet langer dan 4 weken houdbaar.

Standaard-melkzuuroplossing: los kort voor het gebruik 0,1067 g lithiumlactaat ($\text{CH}_3\text{CHOHCOOLi}$) op in water en verdun tot 1.000 ml. Deze oplossing komt overeen met 0,1 mg melkzuur per ml.

Apparatuur en hulpstoffen

Perforator voor 50–75 ml vloeistof

Balans waarop tot op 1 mg nauwkeurig kan gewogen worden.

Spectrofotometer, of colorimeter geschikt voor het meten bij een golflengte van 570 nm

Waterbad van $30 \pm 2^\circ\text{C}$

Reageerbuisen (afmetingen 25 x 160 mm)

4.2.1. Werkwijze

4.2.1.1. Weeg $15,0 \pm 0,1$ g van het monster af in een beker-glaasje van 100 ml. Breng deze hoeveelheid monster met warm water kwantitatief over in een maatkolf van 100 ml tot een totaal volume van 75 à 80 ml is verkregen en koel af tot kamertempera-tuur. Voeg 4 ml H_2SO_4 1 n toe en zwenk voorzichtig. Voeg ver-volgens 3 ml fosfowolframzuuroplossing toe en vul aan met water tot de merkstreep. Schud de kolfinhoud krachtig totdat deze homo-gene is en filtreer door een vouwfilter.

4.2.1.2. Meet met een maatcilinder 50 ml van het verkregen filtraat af en breng dit over in een beker-glaasje van 100 ml, waarin zich ca. 10 g watervrij natriumsulfaat bevindt. Breng het natrium-sulfaat in oplossing door verwarming op een kokend waterbad ter-wijl af en toe wordt geroerd. Koel af tot ca. 30°C en breng de in-houd van het beker-glaasje over in een perforator, waarin zich 0,5 ml zwavelzuur 1 : 1 bevindt. Spoel het beker-glaasje na met een weinig water.

4.2.1.3. Breng ca. 100 ml peroxidevrije diethylether in een vet-kolfje van 250 ml, waarin tevoren wat fijn puimsteen is gebracht en plaats de perforator op het kolfje. Perforeer gedurende 5 h op een elektrisch verwarmd waterbad zodanig dat de extractie repro-duceerbaar verloopt.

4.2.1.4. Voeg na het perforeren aan de inhoud van het kolfje 20 ml water toe en destilleer de diethylether zeer zorgvuldig af. Neem het kolfje direct na het afdestilleren van de diethylether van het waterbad, laat afkoelen en spoel de inhoud van het kolfje met water kwantitatief over in een maatkolf van 200 ml, vul aan met water en meng.

4.2.1.5. Pipetteer in een reageerbuis 1 ml van de verkregen op-lossing en in een andere gelijke buis 1 ml water. Behandel beide bui-zen als volgt: voeg 6,0 ml zwavelzuur-kopersulfaatoplossing toe en meng. Verwarm de buizen, los afgedekt, gedurende 5 min. in een kokend waterbad en koel snel af tot kamertemperatuur. Voeg 2 drup-pels p-hydroxidifenyyl-reagens toe en schud krachtig teneinde het reagens zeer fijn in de vloeistof te verdelen.

Plaats de buizen in een waterbad van $30 \pm 2^\circ\text{C}$, laat ze er ge-durende 15 min. in staan en schud van tijd tot tijd. Verhit de in-houd van de buizen, waarbij deze wederom los worden afgedekt, gedurende 90 sec. in een kokend waterbad en koel vervolgens snel af tot kamertemperatuur.

4.2.1.6. Meet het verschil in extinctie tussen beide vloeistoffen bij een golflengte van 570 nm.

Zet het verschil in extinctie met behulp van de ijklijn (4.2.2.) om in mg melkzuur. Bereken het percentage melkzuur (M) in de gereconstitueerde melk met de formule:

$$M = \frac{8,7 \times 0,001 \times Z}{0,15 \times a}$$

waarin:

Z = het aantal mg melkzuur

a = het gehalte vetvrije droge melkbestanddelen van het monster.

Herhaal het onderzoek, indien het percentage melkzuur in de gereconstitueerde melk groter dan 0,10% blijkt te zijn, met een passende verdunning van de oplossing verkregen onder 4.2.1.4.

Opmerking

Controleer, indien verhoogde melkzuurgehalten worden gevonden, of de bewerkingen onder 4.2.1.1. t/m 4.2.1.4. eventueel aanleiding geven tot verhoogde extincties door een blancobepaling te verrichten met 15 ml water naast de bepalingen op de monsters.

4.2.2. Ijklijn

Weeg van een monster verse gesuikerde gecondenseerde melk 4 hoeveelheden elk van $15,0 \pm 0,1$ g af in bekersglasjes van 100 ml.

Voeg van de standaard-melkzuuroplossing aan de afgewogen hoeveelheden gecondenseerde melk respectievelijk 0 – 10 – 20 en 30 ml toe, zodat een reeks ontstaat met resp. 0 – 1 – 2 en 3 mg toegevoegd melkzuur.

Handel verder als beschreven onder 4.2.1.1. tot en met 4.2.1.5. en meet de extinctie tegen water. Zet deze extincties af als functie van het aantal mg toegevoegd melkzuur. Trek door de punten de best passende rechte en verplaats deze evenwijdig aan zichzelf naar de oorsprong. De ijklijn dient een rechte te zijn.

4.2.3. Beoordeling van het resultaat

Melkzuur wordt geacht slechts in sporen aanwezig te zijn indien het gehalte verkregen volgens 4.2.1.6. niet meer dan 0,020% bedraagt.

5. Fosfatase

Verricht de fosfataseproef volgens het onder 5.1. gegeven voorschrift. Bevestig een positief resultaat met het onder 5.2. gegeven voorschrift.

5.1. Fosfatase; kwalitatief.

Reagentia

Alle reagentia dienen „pro analyse” kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Substraatoplossing: los 0,11 g dinatriumfenylfosfaat ($C_6H_5OPO_3Na_2 \cdot 2H_2O$) op in 80 à 90 ml water, voeg hierbij 3 ml 0,25 M natriumcarbonaatoplossing (2,65 g watervrij natriumcarbonaat per 100 ml) en vul aan tot 100 ml. Bereid dagelijks een verse oplossing.

B.C.C.-reagens: los 23 mg 2,6-dibroomchinon-4-chloorimide ($O=C_6H_2Br_2=NCl$) op in 5 ml ethanol 96% (v/v).

Bewaar de oplossing op een koele plaats en niet langer dan 4 weken.

Iso-amylalcohol, neutraal t.o.v. broomthymolblauw. Neutraliseer zonodig met 0,1 n natriumhydroxide-oplossing.

5.1.1. Werkwijze

5.1.1.1. Maak van het monster met water, zonder verwarming een zodanige verdunning dat de concentratie aan vetvrije droge melkbestanddelen ongeveer overeenkomt met die van ondermelk.

5.1.1.2. Pipetteer in twee reageerbuizen elk 0,5 ml van de aldus bereide oplossing zonder de wanden te bevochtigen. Plaats één der beide buizen gedurende 5 min. in een kokend waterbad en koel daarna af tot kamertemperatuur.

5.1.1.3. Voeg aan beide reageerbuizen met een meetpipet 5 ml van de substraatoplossing toe en bewaar deze afgedekt bij een temperatuur tussen 30 en 35°C gedurende 1 h.

5.1.1.4. Voeg 6 druppels van B.C.C.-reagens toe en meng. Vergelijk na 5 min. de kleuren van beide buizen.

5.1.1.5. Indien de inhoud van de buis met de verhitte melk zwaker gekleurd is dan die van de andere buis wordt de reactie geacht positief te zijn.

5.1.1.6. Voeg in twijfelgevallen aan beide buizen 2 ml iso-amylalcohol toe. Keer de buizen daarop achtmaal voorzichtig om, telkens wachtend totdat de vloeistoflagen zich gescheiden hebben. Eventueel gevormde blauwe of blauwgroene kleurstof lost in de heldere bovenlaag op, waardoor de kleurvergelijking aanzienlijk wordt verscherpt.

Opmerking

Grote reinheid van buizen, pipetten, stoppen enz. is een eerste eis, daar geringe verontreinigingen b.v. met fenolen en daarmee verwante stoffen een positieve reactie kunnen veroorzaken. Voorts bedenken dat speeksel fosfatase bevat.

5.2. Fosfatase; kwantitatief

Reagentia

Alle reagentia dienen „pro analyse” kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water en vers gekookt.

Bariumboraatbuffer, pH $10,6 \pm 0,1$

Vermijd intensief contact tussen de buffer en lucht, in verband met ongewenste carbonaatvorming.

Los 25,0 g carbonaatvrij bariumhydroxide ($\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) onder verwarmen op in water. Koel af tot kamertemperatuur en verdun tot 500 ml.

Los 11,0 g boorzuur (H_3BO_3) op in water en verdun tot 500 ml. Verwarm beide oplossingen tot 50°C , voeg ze bijeen en meng zorgvuldig. Koel het mengsel af tot kamertemperatuur.

Breng zonodig de pH met bariumhydroxide-oplossing op $10,6 \pm 0,1$ en filtreer snel. Bewaar de oplossing in een goed gesloten fles. Verdun de oplossing vóór gebruik met een gelijk volume water.

Natriummetaboraatoplossing: los 6,0 g watervrij natriummetaboraat (NaBO_2) of 12,6 g natriummetaboraat ($\text{NaBO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) en 20,0 g natriumchloride (NaCl) op in water en verdun tot 1.000 ml.

Gebufferde substraatoplossing: los 0,5 g dinatriumfenylfosfaat ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OPO}_3\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) op in 4,5 ml natriummetaboraatoplossing.

Verwijder uit deze oplossing eventueel het aanwezige vrij fenol. Voeg hiertoe 1 druppel B.C.C.-reagens toe en laat de oplossing gedurende 30 min. staan. Schud de eventueel gevormde blauwe kleurstof uit met 2,5 ml butanol-1 en werp de butanol weg. Herhaal deze extractie zonodig totdat de butanol laag ongekleurd blijft.

Deze geconcentreerde oplossing kan gedurende enkele dagen worden bewaard in een koelkast. Herhaal de kleurontwikkeling en de extractie dagelijks vóór het gebruik van de oplossing.

Pipetteer voor het bereiden van de gebufferde substraatoplossing 1 ml van de vorige oplossing in een maatkolf van 100 ml en vul deze aan met de bariumboraatbuffer. Bereid deze gebufferde substraatoplossing onmiddellijk vóór het gebruik.

Zink-kopersulfaat-reagens: los 3,0 g zinksulfaat ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) en 0,6 g kopersulfaat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) op in water en vul aan tot 100 ml.

B.C.C.-reagens: los 0,040 g 2,6-dibroomchinon-4-chloorimide ($\text{O}=\text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_2=\text{NCl}$) op in 10 ml ethanol 96% (v/v).

Bewaar de oplossing in een fles van bruin glas in een koelkast.

Verdunningsvloeistof: verdun 10 ml natriummetaboraatoplossing tot 100 ml met water.

Kopersulfaatoplossing: los 0,05 g kopersulfaat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) op in water en vul aan tot 100 ml.

Standaardoplossing, 200 μg fenol per ml: los 0,200 + 0,001 g kleurloze en kristallijne fenol op in water en verdun tot 100 ml. Deze oplossing kan in de koelkast gedurende enkele maanden bewaard worden.

Verdun 10 ml van deze oplossing tot 100 ml met water.

Indien het fenol niet kleurloos en kristallijn is, zuiver het dan door destillatie.

Apparatuur en hulpstoffen

Balans, waarop tot 1 mg nauwkeurig kan worden gewogen.

Spectrofotometer, geschikt voor het meten bij een golflengte van 610 nm, met bijbehorende cuvetten.

Waterbad, thermostatisch geregeld op een temperatuur van $37 \pm 1^\circ\text{C}$.

Reageerbuizen, met een inwendige diameter van 16 tot 18 mm.

Filtrepapier voor kwalitatieve doeleinden, langzaam filtrerend voor fijne neerslagen.

Voorzorgsmaatregelen

Verricht de bepaling niet in direct zonlicht, doch bij diffuus daglicht of bij kunstlicht.

Reinig al het glaswerk zorgvuldig en spoel het daarna uit met uitgekookt gedestilleerd water of stoom het uit. Gebruik geen reinigingsmiddelen en desinfectiemiddelen die fenolen bevatten.

Gebruik voor het afsluiten van het glaswerk geen stoppen van kunststof; deze kunnen fenolen bevatten.

Vermijd bij het pipetteren verontreiniging van de vloeistoffen met speeksel, dit bevat fosfatase.

5.2.1. Werkwijze

5.2.1.1. Weeg $\frac{87}{a - 8,7}$ g van het monster af tot op 0,1 g (waar-

in a = het procentisch gehalte aan vetvrije droge melkbestanddelen van het monster).

Verdun deze hoeveelheid met 10 ml water.

5.2.1.2. Pipetteer in 2 reageerbuizen elk 1 ml van de onder 5.2.1.1. bereide gereconstitueerde melk.

5.2.1.3. Verwarm één der buizen in kokend water gedurende 2 min. en koel deze af tot kamertemperatuur. De inhoud dient voor de blancobepaling.

Behandel hierop beide buizen zoals hieronder aangegeven.

5.2.1.4. Voeg 10 ml gebufferde substraatoplossing toe, meng en plaats de buizen in het waterbad van $37 \pm 1^\circ\text{C}$.

5.2.1.5. Laat de buizen gedurende 60 min. in het waterbad staan, wervel gedurende deze tijd de vloeistof in de buizen af en toe rond.

5.2.1.6. Verwarm direct daarop de buizen in kokend water gedurende 1 min. en koel snel af tot kamertemperatuur.

5.2.1.7. Voeg 1 ml zink-kopersulfaat-reagens toe, meng en filtreer door droog filtreerpapier. Werp de eerste druppels filtraat weg. Het filtraat moet volkomen helder zijn, filtreer zonodig nogmaals over hetzelfde filter.

5.2.1.8. Pipetteer van elk filtraat 5 ml in een reageerbuis, voeg 5 ml natriummetabooraatoplossing toe en 0,1 ml B.C.C.-reagens. Laat de buizen bij kamertemperatuur staan gedurende 30 min.

5.2.1.9. Meet de extinctie van de monsteroplossing tegen de blanco bij een golflengte van 610 nm.

5.2.1.10. Herhaal de bepaling indien blijkt dat de extinctie van de gereconstitueerde melk die van de ijkvloeistof met $20 \mu\text{g}$ fenol per ml overschrijdt. Bereid een passende verdunning van het monster door gereconstitueerde melk, als verkregen onder 5.2.1.1., te verdunnen met een passende hoeveelheid gereconstitueerde melk waarin de fosfatase vernietigd is door verhitting op een wijze als beschreven onder 5.2.1.3.

5.2.2. IJklijn

5.2.2.1. Pipetteer, elk in een maatkolf van 100 ml: 2,5 – 5 – 7,5 en 10 ml van de standaardfenoloplossing en vul aan met water.

5.2.2.2. Pipetteer in 5 reageerbuizen 1 ml water, resp. 1 ml van elke ijkvloeistof (5.2.2.1.) teneinde een vergelijkingsreeks te verkrijgen met resp. 0 – 5 – 10 – 15 en $20 \mu\text{g}$ fenol.

5.2.2.3. Voeg achtereenvolgens aan elke buis toe 1 ml kopersulfaatoplossing, 5 ml verdunningsvloeistof, 3 ml water en 0,1 ml B.C.C.-reagens; meng. Laat de buizen bij kamertemperatuur staan gedurende 30 min.

5.2.2.4. Meet de extinctie van de reeksleden tegen water bij een golflengte van 610 nm.

5.2.2.5. Zet in een grafiek de gemeten extincties uit tegen de hoeveelheden fenol in μg , als vermeld onder 5.2.2.2. en trek door de punten de beste passende rechte. Construeer de ijklijn evenwijdig aan deze rechte door de oorsprong.

5.2.3. Berekening

5.2.3.1. Zet de extinctie, vastgesteld onder 5.2.1.9. met behulp van de ijklijn of met behulp van een uit deze ijklijn berekende factor, om in μg fenol.

5.2.3.2. De fosfatase-activiteit, uitgedrukt in μg fenol per ml gereconstitueerde melk, is

$$2,4 \times P$$

waarin P = het aantal μg fenol volgens 5.2.3.1.

5.2.3.3. Indien verdund is op de onder 5.2.1.10. beschreven wijze, vermenigvuldig dan het onder 5.2.3.2. verkregen resultaat met verdunningsfactor.

5.2.4. Beoordeling van het resultaat

Fosfatase wordt afwezig geacht indien de fosfatase-activiteit 4 μg fenol of minder per ml gereconstitueerde melk bedraagt.

6. Stabilisatoren ¹⁾

7. Saccharosegehalte

Reagentia

Alle reagentia dienen „pro analyse” kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Zinkacetaatoplossing: los 21,9 g gekristalliseerd zinkacetaat ($\text{Zn}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en 3 ml ijsazijn op in water en vul aan tot 100 ml.

Kaliumhexacyanoferraat (II)-oplossing: los 10,6 g gekristalliseerd kaliumhexacyanoferraat (II) ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) op in water en vul aan tot 100 ml.

Zoutzuur $6,35 \pm 0,2$ n (20–22% m/m)

Ammonia $2,0 \pm 0,2$ n (3,5% m/m)

Azijnzuur $2,0 \pm 0,2$ n (12% m/m)

Apparatuur

Balans waarop tot 10 mg nauwkeurig kan worden gewogen

Waterbad van $60 \pm 1^\circ\text{C}$

¹⁾ Deze methode zal worden beschreven in een aanvulling bij deze analysemethoden van onderzoek.

Polarimeterbuis van $200 \pm 0,1$ mm lengte

Polarimeter of saccharimeter

- a. Polarimeter met natriumdamlamp of kwikdamlamp met prisma of Wrattenfilter no. 77A voor groen kwiklicht waarmee tenminste tot op 0,05 booggraden nauwkeurig kan worden afgelezen.
- b. Saccharimeter met internationale suikerschaal met wit licht, dat een filter gevuld met een 6% kaliumbichromaatoplossing met een weglengte van 15 mm passeert, of met natriumlicht, die tot op $0,1^\circ$ van de internationale suikerschaal kan worden afgelezen.

7.1. Controlebepaling

Verricht ter controle van de werkwijze, de reagentia en de apparatuur een dublobepaling zoals onder 7.2. beschreven is op een mengsel van 100 g melk of 110 g afgeroomde melk en 18,00 g saccharose pro analyse, overeenkomend met 40,00 g gecondenseerde melk met 45,0% suiker.

Bereken het saccharosegehalte met behulp van de formule in paragraaf 7.2.13., waarbij in formule I voor W, F en p resp. de hoeveelheid afgewogen melk, het vetgehalte en het eiwitgehalte van deze melk en in formule II voor W het getal 40,00 ingevuld moet worden. Het gemiddelde van de gevonden waarden mag niet meer dan 0,1% van 45,0% afwijken.

7.2. Werkwijze

7.2.1. Weeg ongeveer 40 g tot op 0,01 g nauwkeurig van het volgens 1.1.2. voorbereide monster in een bekersglas van 100 ml. Voeg 50 ml warm water ($80-90^\circ\text{C}$) toe en meng goed.

7.2.2. Breng het mengsel kwantitatief over in een maatkolf van 200 ml. Spoel daarbij enige malen met water van ongeveer 60°C na, totdat het volume 120–150 ml bedraagt.

Meng en koel af tot kamertemperatuur.

7.2.3. Voeg 5 ml ammonia 2 n toe. Meng weer en laat gedurende 15 min. staan.

7.2.4. Neutraliseer de ammonia door een equivalente hoeveelheid van de verdunde azijnzuuroplossing toe te voegen. Bepaal van tevoren het juiste aantal milliliters door titratie van de ammonia onder gebruikmaking van broomthymolblauw als indicator. Meng.

7.2.5. Voeg 12,5 ml zinkacetaatoplossing toe en meng voorzichtig door de kolf in schuine stand om zijn as te draaien.

7.2.6. Voeg op dezelfde wijze als bij de zinkacetaatoplossing 12,5 ml kaliumhexacyanoferraat-II-oplossing toe.

7.2.7. Breng de inhoud van de kolf op 20°C en vul met water van 20°C aan tot de maatstreep van 200 ml.

Opmerking

Tot dit stadium moeten alle toevoegingen van water of reagentia op zodanige wijze geschieden, dat vorming van luchtbelllen vermeden wordt. Om dezelfde reden moeten alle mengingen geschieden door draaien van de kolf in plaats van door schudden. Indien luchtbelllen worden opgemerkt vóór het bijvullen tot 200 ml, kan het verwijderen ervan bevorderd worden door de kolf met een vacuümpomp te verbinden, waarbij de kolf omgezwent wordt.

7.2.8. Sluit de kolf met een droge stop en meng goed door krachtig schudden.

7.2.9. Laat enige minuten staan en filtreer dan door een droog filter. Werp de eerste 25 ml filtraat weg.

7.2.10. Draaiing vóór inversie

Bepaal de draaiing van het polarisatievlak van het filtraat bij $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

7.2.11. Inversie

Pipetteer 40 ml van het op bovenvermelde wijze verkregen filtraat in een maatkolf van 50 ml. Voeg 6,0 ml zoutzuur 6,35 n toe.

Laat de kolf gedurende 15 min. in een waterbad van 60°C staan, zodanig dat de kolf tot aan de hals ondergedompeld is. Meng door een draaiende beweging gedurende de eerste 5 min., in welke tijd de inhoud van de kolf de temperatuur van het waterbad moet hebben bereikt. Koel af tot 20°C, vul aan tot 50 ml met water van 20°C, meng en laat gedurende 1 h staan bij deze temperatuur.

7.2.12. Draaiing na inversie

Bepaal de draaiing van het polarisatievlak door de geïnverteerde oplossing bij $20 \pm 2^\circ\text{C}$. (Wanneer de temperatuur van de vloeistof in de polarimeterbuis tijdens de meting meer dan 0,2°C van 20°C afwijkt, moet de in paragraaf 7.2.14. genoemde temperatuurcorrectie worden toegepast.)

7.2.13. Bereken het saccharosegehalte met behulp van de volgende formules:

$$\text{I. } v = \frac{W}{100} (1,08 F + 1,55 P)$$

$$\text{II. } S = \frac{D - 5/4 I}{Q} \times \frac{V - v}{V} \times \frac{V}{L \times W} \%$$

Waarbij:

S = Saccharosegehalte

W = Gewicht van het afgewogen monster in g

F = Percentage vet van het monster

P = Percentage eiwit ($N \times 6,38$) van het monster

V = Volume in ml waartoe het monster is verdund vóór filtratie

v = Correctie in ml voor het volume van het neerslag gevormd bij de klaring

D = Directe polarimeteraflezing (draaiing vóór inversie)

I = Polarimeteraflezing na inversie (draaiing na inversie)

L = Lengte in dm van de polarimeterbuis

Q = Inversie-deelfactor, waarvan de waarden hieronder zijn aangegeven in paragraaf 7.2.14.

Opmerkingen

- a. Wanneer nauwkeurig 40,00 g gecondenseerde melk afgewogen wordt en gebruik gemaakt wordt van een polarimeter met natriumlicht, met een schaal in booggraden en een polarimeterbuis van 2 dm lengte bij $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$ kan het saccharosegehalte van normale gesuikerde gecondenseerde melk ($C = 9$; zie 7.2.14.) met behulp van de volgende formule berekend worden:

$$S = (D - 5/4 I) (2,833 - 0,00612 F - 0,00878 P)$$

Wanneer de meting van de draaiing na inversie bij een andere temperatuur dan 20°C heeft plaatsgevonden moeten de verkregen waarden vermenigvuldigd worden met:

$$1 + 0,0037 (T - 20)$$

- b. Wanneer het vetgehalte (F) en het droge stofgehalte (G) van het monster bekend zijn kan het saccharosegehalte zonder het eiwitgehalte berekend worden. Bij een inweging van 40,00 g en bij een polarimeterbuis van 2 dm lengte is de formule:

$$S = \frac{D - 5/4 I}{Q} (2,776 - 0,0025 F - 0,003 G) - 2,60$$

7.2.14. Waarden van de inversie-deelfactor Q

De volgende formules geven nauwkeurige waarden voor Q bij gebruik van verschillende lichtbronnen met waar nodig correcties van wege concentratie en temperatuur.

Voor natriumlicht en een polarimeter met aflezing in booggraden:

$$Q = 0,8825 + 0,0006 (C - 9) - 0,0033 (T - 20)$$

Voor groen kwiklicht en een polarimeter met aflezing in booggraden:

$$Q = 1,0392 + 0,0007 (C - 9) - 0,0039 (T - 20)$$

Voor wit licht met bichromaatfilter en een saccharimeter met internationale suikerschaal:

$$Q = 2,549 + 0,0017 (C - 9) - 0,0095 (T - 20)$$

In de voorgaande formules:

C = Totale gehalte aan suikers in de geïnvverteerde oplossing na de polarimeteraflezingen

T = Temperatuur van de geïnvverteerde oplossing tijdens de polarimeteraflezing.

Opmerking 1

Het totale gehalte aan suikers (C) van de geïnvverteerde oplossing kan worden berekend uit de draaiingen van het polarisatievlak vóór en na inversie, waarbij de gebruikelijke waarden voor de specifieke draaiingen voor saccharose, lactose en invertsuiker worden aangenomen.

De correctie 0,0006 (C - 9) enz. is alleen nauwkeurig als C ongeveer 9 is; voor normale gecondenseerde melk kan deze correctie worden verwaarloosd daar C dan vrijwel 9 is.

Opmerking 2

Temperatuurafwijkingen van 20°C hebben bij de polarimeteraflezingen vóór inversie slechts weinig invloed. Daarentegen zijn bij polarimeteraflezingen na inversie bij afwijkingen van meer dan 0,2°C correcties noodzakelijk.

De correctie - 0,0033 (T - 20) is alleen nauwkeurig voor temperaturen gelegen tussen 18 en 22°C.

8. Microbiologisch onderzoek ¹⁾

9. Eiwitgehalte

Reagentia

Alle reagentia dienen „pro analyse” kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Kaliumsulfaat (K₂SO₄)

Kopersulfaat (CuSO₄.5H₂O)

Sterk zwavelzuur: ca. 96% (m/m) H₂SO₄

Natriumhydroxide-oplossing: los 500 g natriumhydroxide (NaOH) op in 1.000 ml water.

¹⁾ Deze methode zal worden beschreven in een aanvulling bij deze analysemethoden van onderzoek.

Boorzuoroplossing: los 40 g boorzuur (H_3BO_3) op in 1.000 ml water.

Indicator: los 2 g methylrood en 1 g methyleenblauw op in 1.000 ml ethanol 96% (v/v).

Zoutzuuroplossing (HCl) 0,1 n.

Apparatuur en hulpstoffen

Analytische balans.

Kjeldahlkolf van 500 ml inhoud.

Apparatuur voor Kjeldahldestructie en voor distillatie.

Glasparels.

9.1. Blancobepaling: Verricht een blancoproef volgens de werkwijze onder 9.2. aangegeven met uitsluiting van de alinea 9.2.2.

9.2. Werkwijze

9.2.1. Breng achtereenvolgens in de Kjeldahlkolf enkele glasparels, 5 g kaliumsulfaat en 1 g kopersulfaat.

9.2.2. Weeg, hetzij rechtstreeks in de Kjeldahlkolf hetzij bij verschilweging, ca. 2 g van het monster tot op 1 mg.

9.2.3. Voeg 20 ml zwavelzuur 98,3% toe en meng.

9.2.4. Verwarm voorzichtig tot het schuimen ophoudt.

9.2.5. Verwarm krachtiger tot de vloeistof volkomen helder geworden is.

9.2.6. Verwarm dan nog gedurende 90 min.

9.2.7. Laat afkoelen tot kamertemperatuur en voeg 150 ml water toe. Koel opnieuw tot kamertemperatuur.

9.2.8. Voer de distillatie uit met het gebruikelijke apparaat. Gebruik daarbij 80 ml van de natriumhydroxide-oplossing en vang het distillaat op in 50 ml boorzuoroplossing waaraan 4 druppels van de indicator toegevoegd werden.

9.2.9. Titreer het distillaat met zoutzuur 0,1 n.

9.2.10. Bereken het eiwitgehalte van het monster met de formule:

$$1,40 \times 6,38 \times \frac{(V_1 - V_0)}{S} t$$

S

waarbij:

t = normaliteit van de zoutzuuroplossing

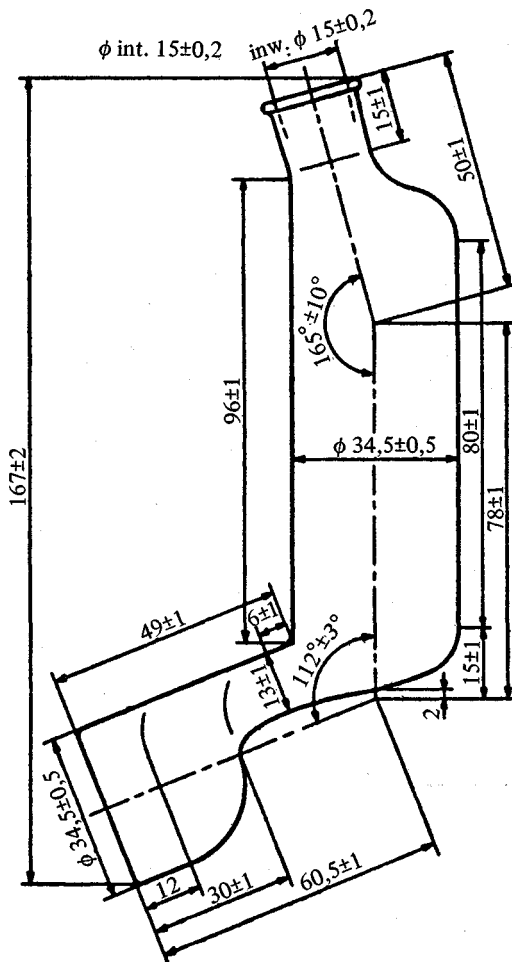
V_1 = volume, in ml, van de zoutzuuroplossing gebruikt bij de bepaling (9.2.9.)

V_0 = volume, in ml, van de zoutzuuroplossing gebruikt bij de blancoproef (9.1.)

S = massa, in grammen, van de ingewogen hoeveelheid.

Mesures en mm
Maten in mm

Tube à extraction suivant Mojonnier
conicité intérieure du col 1:10
Extractiebuis volgens Mojonnier
hals inw. conisch 1:10



inhoud van het voetje $21,5 \pm 0,5$ ml
glasdikte $1,25 \pm 0,25$ mm
contenu du pied $21,5 \pm 0,5$ ml
épaisseur du verre $1,25 \pm 0,25$ mm

Op 17 juli 1973 heeft het Comité van Ministers de volgende Beschikking inzake de materiële en hygiënische eisen te stellen aan slachthinrichtingen en uitsnijderijen vastgesteld:

**Beschikking van het Comité van Ministers van de
Benelux Economische Unie inzake de materiële en hygiënische
eisen te stellen aan slachthinrichtingen en uitsnijderijen
M (73) 13**

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 de belemmeringen van het vrije verkeer,

Overwegende dat het gewenst is vlees afkomstig van dieren, geslacht in alle slachthinrichtingen en vlees behandeld in alle uitsnijderijen toe te laten tot het vrije verkeer in Benelux,

Overwegende dat daartoe in de drie Beneluxlanden alle slachthinrichtingen en alle uitsnijderijen moeten voldoen aan de eisen vervat in de Richtlijn van de Raad van de E.E.G. inzake gezondheidsvraagstukken op het gebied van het intra-communautaire handelsverkeer in vers vlees nr. 64/433/EEG van 26 juni 1964, alsmede in de Richtlijnen die deze wijzigen,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

De Regeringen van de drie Beneluxlanden treffen de nodige maatregelen, opdat binnen twee jaar na inwerkingtreding van de onderhavige Beschikking alle slachthinrichtingen en alle uitsnijderijen voldoen aan de materiële en hygiënische eisen vervat in de bepalingen van de Richtlijn van de Raad van de E.E.G. inzake gezondheidsvraagstukken op het gebied van het intra-communautaire handelsverkeer in vers vlees nr. 64/433/EEG van 26 juni 1964, alsmede in de bepalingen van de Richtlijnen die deze wijzigen.

Artikel 2

In afwijking van artikel 1 zijn vrijgesteld van de eisen gesteld in deze Beschikking, de slachthinrichtingen, uitsluitend bestemd voor de slacht van zieke en van ziekte verdachte dieren alsook van dieren met afwijkingen, alsmede bij vleeswinkels behorende slachtplaatsen waar uitsluitend wordt geslacht ten behoeve van die vleeswinkels dan wel ten behoeve van vleeswinkels, waarvan de eigenaar of houder per winkel een vergunning van de bevoegde nationale autoriteit heeft om vlees uit deze slachtplaatsen te betrekken.

Artikel 3

De Aanbeveling van het Comité van Ministers van 29 januari 1968 inzake de materiële en hygiënische eisen te stellen aan alle slachtinrichtingen, vleeswarenfabrieken en uitsnijderijen, M (68) 30, vervalt.

Artikel 4

Deze Beschikking treedt in werking op de dag van haar ondertekening.

GEDAAN te Brussel, op 17 juli 1973.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) L. J. BRINKHORST

Op 31 augustus 1973 heeft het Comité van Ministers de volgende Beschikking inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende soepen vastgesteld:

**Beschikking van het Comité van Ministers van de
Benelux Economische Unie inzake de harmonisatie der
wetgevingen betreffende soepen
M (73) 16**

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 de belemmeringen van het vrije verkeer,

Overwegende dat de bepalingen van het aan de Aanbeveling van het Comité van Ministers van 11 december 1968, inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende soepen, M (68) 18, gehechte Reglement niet meer beantwoorden aan de huidige vereisten,

Overwegende derhalve dat genoemde Aanbeveling dient te worden vervangen door een Beschikking, teneinde in de partnerlanden geharmoniseerde voorschriften betreffende soepen tot stand te brengen, ter opheffing van de belemmeringen van het vrije verkeer,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

De Regeringen van de drie Beneluxlanden nemen de nodige maatregelen opdat de bepalingen van het aan deze Beschikking gehechte Reglement op 1 juli 1974 van kracht worden.

Artikel 2

De Aanbeveling van het Comité van Ministers van 11 december 1968, inzake de harmonisatie van de wetgevingen betreffende soepen, M (68) 18, vervalt.

GEDAAN te Brussel, op 31 augustus 1973.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) L. J. BRINKHORST

Reglement inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende soepen

Artikel 1

Definitie

In dit Reglement wordt onder soep verstaan het min of meer vloeibare produkt dat voedende stoffen en smaakstoffen, deels in opgeloste, deels in vaste toestand bevat of het produkt dat zijn gebruiks-klaare vorm verkrijgt door toevoeging van water volgens gebruiksaanwijzing en welk produkt bestemd is om meestal in warme toestand als soep te worden genuttigd.

Artikel 2

Algemene eisen

1. De produkten, als bedoeld in artikel 1 van dit Reglement, moeten bereid zijn op basis van voor menselijke consumptie geschikte grondstoffen.
2. De produkten, als bedoeld in artikel 1 van dit Reglement, mogen niet beschimmeld zijn, noch op enig andere wijze bedorven zijn.
3. De produkten, als bedoeld in artikel 1 van dit Reglement, dienen normaal van geur en smaak te zijn.

Artikel 3

Bijzondere eisen

1. Het keukenzoutgehalte in het voor consumptie gereed zijnde produkt, als bedoeld in artikel 1 van dit Reglement, en indien van toepassing bereid volgens gebruiksaanwijzing mag niet meer bedragen dan 15 g/l.
2. Indien het produkt, als bedoeld in het voorgaande lid, voedingsgelatine bevat, mag het gehalte daarvan – berekend op dit produkt – niet meer dan 4 % bedragen.
 - 3.1. Wanneer op of bij de verpakking of op daarbij aanwezige drukwerken aanduidingen of illustraties voorkomen die de aanwezigheid van vlees, vleesextract, of vleesbouillon vermelden of suggereren, moet het gehalte aan kreatinine in het voor consumptie gereed zijnde produkt, als bedoeld in artikel 1 van dit Reglement en indien van toepassing bereid volgens gebruiksaanwijzing, tenminste 70 mg/l bedragen.
 - 3.2. Soepen, aangeduid als soep met spek, kalfssoep, crème de veau, soep met balletjes, kippesoep en de andere soepen op basis van gevogelte waarbij het soort gevogelte uit de aanduiding blijkt, behoeven niet te voldoen aan de eis inzake kreatinine, als bedoeld in lid 3.1.

4. Indien op de verpakking van de produkten, als bedoeld in artikel 1 van dit Reglement, de vermelding „geconcentreerd” voorkomt, moet de mate van concentratie van deze produkten zodanig zijn dat, teneinde een gebruiksklaar produkt te verkrijgen dat voldoet aan de in dit Reglement gestelde eisen, aan deze produkten een volume water dient te worden toegevoegd, tenminste gelijk aan dat van het produkt.

5.1. Onverminderd het elders in dit Reglement bepaalde moet het produkt, als bedoeld in artikel 1, dat hermetisch is verpakt en een conserverende hittebehandeling heeft ondergaan, bovendien aan onderstaande eis voldoen:

het produkt mag na bewaring gedurende tenminste 5 en ten hoogste 7 dagen bij een temperatuur van $30 \pm 2^\circ \text{C}$ geen bederf vertonen en mag niet meer dan in totaal 500 aëroob of anaëroob kweekbare micro-organismen per ml bevatten.

5.2. Voor het produkt, als bedoeld in artikel 1 voor zover het niet die bewerking heeft ondergaan als bedoeld in lid 5.1. en voor zover het niet in gedroogde vorm in de handel wordt gebracht, kunnen de bevoegde nationale autoriteiten – onverminderd het in dit Reglement bepaalde – voor elk land afzonderlijk eisen stellen ten aanzien van de bacteriologisch-hygiënische gesteldheid ervan.

Artikel 4

Toegestane toevoegsels

De produkten, als bedoeld in artikel 1, mogen slechts de volgende toevoegsels bevatten en zulks tot de maximumgehalten en onder de voorwaarden als hieronder aangegeven. Deze maxima hebben betrekking op het volgens de gebruiksaanwijzing bereide produkt.

Omschrijving van het toevoegsel	Maxima	Voorwaarden
1. <i>Anti-oxydanten</i>		
– L-ascorbinezuur en de natrium- en calciumzouten daarvan	0,1%, uitgedrukt in ascorbinezuur	} afzonderlijk of gezamenlijk gebruikt
– 5,6-diacetyl-1-ascorbinezuur (1-ascorbyl-diacetaat)		
– 6-palmityl-1-ascorbinezuur (1-ascorbyl-palmitaat)		
– Natuurlijke tocoferolen en de synthetische alpha-, gamma- en delta-tocofe-rolen	q.s.	—

Omschrijving van het toevoegsel	Maxima	Voorwaarden
<ul style="list-style-type: none"> - Octylgallaat - Dodecylgallaat - Propylgallaat - BHA - BHT 	0,01%	berekend op het vet
<p>2. <i>Verdikkingsmiddelen</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Alginezuur en de natrium-, kalium- en calciumzouten daarvan, uitgedrukt in alginezuur - Agar-Agar - Arabische gom - Pectinen - Carrageen - Johannesbrood-pitmeel - Guarmeel - Tragacanth 	2%	afzonderlijk of gezamenlijk gebruikt
<p>2. bis - Natriumzout van carboxymethylcellulose (CMC)</p>	0,4%	—
<p>3. <i>Emulgatoren</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Lecithinen - Suikeresters - Sucroglyceriden - Mono- en diglyceriden, verkregen door glycerolyse van eetbare vetten, al dan niet veresterd met één der zuren: azijnzuur, citroenzuur, melkzuur, wijnsteen- zuur of diacetyl wijnsteen- zuur 	0,2% 0,2% 0,2% 0,5%	wanneer het eindproduct twee of meer van de hiernaast genoemde stoffen bevat, mag het aandeel van elk dezer stoffen slechts een rekenkundige breuk van de voor het betrokken additief vastgestelde maximumhoeveelheid uitmaken, waarbij de som van de breuken niet meer dan 1 mag bedragen
<p>4. <i>Fosfaten</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Dinatriumdifosfaat ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$) - Tetranatriumdifosfaat ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) - Pentanatriumtrifosfaat ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$) 	0,1%, uitgedrukt als P_2O_5	afzonderlijk of gezamenlijk gebruikt
<p>5. <i>Organische zuren</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Azijnzuur en de natrium-, kalium- en calciumzouten daarvan 	q.s.	—

Omschrijving van het toevoegsel	Maxima	Voorwaarden
- Citroenzuur en de natrium-, kalium- en calciumzouten daarvan	q.s.	—
- Melkzuur en de natrium-, kalium- en calciumzouten daarvan	q.s.	—
- Wijnsteenzuur en de natrium-, kalium- en natriumkaliumzouten daarvan	q.s.	—
6. <i>Smaakversterkers</i>		
- Glutaminezuur en de natrium-, kalium- en calciumzouten daarvan	1%	—
6. bis - Inosinezuur en de natrium- en kaliumzouten daarvan	0,05%	- bij afzonderlijk of gemengd gebruik - voorlopige toelating in afwachting van de te verwachten uitspraak van het „Joint Expert Committee on food additifs”
- Guanylzuur en de natrium- en kaliumzouten daarvan		
7. <i>Kleurstoffen</i>		
curcumine, E 100	—	—
lactoflavine, E 101	—	—
cochenille, E 120	—	—
chlorofyllen, E 140	—	—
caramel, E 150	—	—
carotenoiden, E 160	—	—
xanthofyllen, E 161	—	—
bietenrood of betamine, E 162	—	—
8. <i>Gassen</i>		
- kooldioxyde	—	} ter bescherming van hermetisch verpakte producten
- stikstof	—	
9. <i>Anti-schuimmiddelen</i>		
- Dimethylpolysiloxaan	10 mg/l	

10. Andere toevoegsels, dan die genoemd in artikel 4 onder de leden 1 t/m 9, toegelaten in de bestanddelen van de in artikel 1 bedoelde producten, mogen in die producten aanwezig zijn, voor zover en voor zoveel zij in die bestanddelen zijn toegelaten.

11. In afwijking van het bepaalde in lid 10, mag het gehalte aan zwaveldioxyde alleen in het voor consumptie gereed zijnde produkt, als bedoeld in artikel 1, hetwelk witte groente (n) bevat en indien van toepassing bereid is volgens gebruiksaanwijzing, maximaal 20 mg/l bedragen.

Artikel 5

Benaming

1.1. Bij soep, welke zich bevindt in een verpakking met een nettogewicht van 10 kg of minder of met een netto-inhoud van 10 liter of minder, bestemd of geschikt om met de inhoud aan de verbruiker te worden afgeleverd, moet de benaming „soep” op de verpakking worden vermeld. Deze benaming kan worden voorafgegaan of gevolgd door gegevens betreffende de samenstelling ervan of door een fantasienaam.

1.2. Bij soep, welke zich niet bevindt in een verpakking, bestemd of geschikt om met de inhoud aan de verbruiker te worden afgeleverd, moet het onder 1.1. bepaalde op, bij of onmiddellijk boven de waar op een voor de koper duidelijk zichtbare plaats zijn aangebracht. De bedoelde benaming moet gemakkelijk leesbaar en onuitwisbaar zijn.

1.3. De verplichting, als bedoeld in 1.2., is niet van toepassing op soep die in eethuizen, restaurants en dergelijke instellingen wordt geserveerd.

2. In afwijking van het bepaalde in de leden 1.1. en 1.2. mag de benaming „soep” worden vervangen door één van onderstaande traditionele benamingen:

„... crème/crème de ...”, „... „velouté”, „minestrone”, „bouillabaisse”, „bisque de ...”, „julienne”.

Artikel 6

Aanduidingen op de verpakking

1. Indien het produkt, als bedoeld in dit Reglement, verpakt in de handel wordt gebracht moet het aan de buitenzijde van de verpakking zijn voorzien van de volgende aanduidingen:

- a. de met de aard van het produkt overeenstemmende benaming door middel van de aanduiding(en) bedoeld in artikel 5, lid 1.1. dan wel – voor zover toepasselijk – van één der aanduidingen bedoeld in artikel 5, lid 2.;
- b. de naam en het adres van de fabrikant of van een verkoper, nl.:
 1. voor de in Benelux vervaardigde of verpakte produkten: de naam of de handelsnaam en het adres van de in Benelux gevestigde producent of van een verkoper die in Benelux is gevestigd;
 2. voor de buiten Benelux vervaardigde en verpakte produkten: de naam of de handelsnaam en het adres, hetzij van de in het buitenland gevestigde producent of een in het buitenland gevestigde verkoper, hetzij van een in Benelux gevestigde verkoper.

De onder 1. en 2. bedoelde aanduidingen moeten in leesbare lettertekens op een duidelijk zichtbare plaats zijn aangebracht. Wat betreft de adresaanduiding kan voor rechtspersonen worden volstaan met de vermelding van de vestigingsplaats van hun zetel.

- c. voor gebruiksklare soepen vermelding van de woorden „net (to) inh (oud)” in liters, delen van liters en eventueel daarenboven in borden of koppen;
- d. voor niet gebruiksklare soepen het volume na bereiding volgens gebruiksaanwijzing gevolgd of voorafgegaan door de aanduiding in liters of delen van liters en eventueel daarenboven in borden of koppen;
- e. in de gevallen als bedoeld onder c. en d. is een bord gelijk aan 250 ml en een kop aan 150 ml;
- f. voor het produkt, als bedoeld in artikel 1, dat is verpakt, dient de aanduiding: „beperkt houdbaar – koel bewaren” of een andere gelijkwaardige aanduiding op de verpakking te worden aangebracht. Aan deze bepaling behoeven niet te voldoen:
 - verpakte soep die in gedroogde vorm in de handel wordt gebracht;
 - verpakte soep die een conserverende warmtebehandeling heeft ondergaan;
 - verpakte diepgevroren soep.

2. Op of bij de verpakking van het niet gebruiksklare produkt, als bedoeld in artikel 1, moet bovendien een goed zichtbare, duidelijk leesbare en onuitwisbare gebruiksaanwijzing voorkomen in de vorm van een voor de consument duidelijk en uitvoerbaar voorschrift, waarin o.a. de hoeveelheid water wordt vermeld, die aan het produkt moet worden toegevoegd ter verkrijging van de krachtens het bepaalde in lid 1. d. aangegeven hoeveelheid soep.

- 3a. Afmetingen van de letters der verplichte aanduidingen als bedoeld in lid 1.a. al naar gelang van de aard van de in de verpakking aanwezige waar en van het netto-volume of nettogewicht daarvan:
 - 2 mm voor verpakkingen van ten hoogste 200 ml resp. 200 g;
 - 3 mm voor verpakkingen van meer dan 200 ml resp. 200 g, doch ten hoogste 2 liter resp. 2 kg;
 - 10 mm voor verpakkingen van meer dan 2 liter resp. 2 kg.
- b. Voor de letters en cijfers der verplichte aanduidingen als bedoeld in lid 1., onder b., c., d. en f. en in lid 2. geldt dat deze goed zichtbaar, duidelijk leesbaar en onuitwisbaar moeten zijn.

Artikel 7

Slotbepaling

Het is verboden op of bij de produkten als bedoeld in dit Reglement, in handelsdocumenten, in prospectussen en in alle andere vormen van publiciteit die betrekking hebben op de produkten, als bedoeld in dit Reglement gebruik te maken van benamingen, aanduidingen, afbeeldingen, tekens, of andere vormen van presentatie die misleidend zijn onder meer met betrekking tot de aard en samenstelling van de in dit Reglement bedoelde produkten.

Op 31 augustus 1973 heeft het Comité van Ministers de volgende Beschikking betreffende de vervaardiging, het verhandelen en het gebruik van voorwerpen en stoffen bestemd om in aanraking te worden gebracht met voedingswaren en -stoffen vastgesteld:

**Beschikking van het Comité van Ministers van de
Benelux Economische Unie betreffende de vervaardiging,
het verhandelen en het gebruik van voorwerpen en stoffen
bestemd om in aanraking te worden gebracht met
voedingswaren en -stoffen
M (73) 17**

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 de belemmeringen van het vrije verkeer,

Overwegende dat eenvormige voorschriften inzake de vervaardiging, het verhandelen en het gebruik van voorwerpen en stoffen bestemd om in aanraking te worden gebracht met voedingswaren en -stoffen in de Beneluxlanden dienen te worden toegepast,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

Van een door het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie te bepalen datum af mogen de in artikel 1 van bijgaand Reglement omschreven voorwerpen en stoffen, al naar gelang het soort materiaal waarvan zij zijn vervaardigd, geen andere bestanddelen en/of hulpstoffen bevatten dan die, vermeld in door dat Comité op te stellen bijlagen van genoemd Reglement.

Artikel 2

1. De uitspraak m.b.t. de aanvraag tot plaatsing op de bijlagen van een nieuw bestanddeel en/of nieuwe hulpstof, bestemd om deel te gaan uitmaken van de in artikel 1 van bijgaand Reglement genoemde voorwerpen en stoffen, zal eerst na overleg in de Bijzondere Commissie voor de Volksgezondheid van de Benelux Economische Unie worden gedaan.

De inwilliging door de nationale instanties vindt eerst plaats nadat hierover tussen de partnerlanden algehele overeenstemming is bereikt.

Zij kan voor een bepaalde tijdsduur worden verleend.

Zij kan aan speciale voorwaarden worden gebonden, b.v. in verband met bijzondere toepassingen.

Iedere beslissing moet binnen maximaal één jaar van de datum van schriftelijke aanvaarding van de aanvraag, als bedoeld in artikel 4, lid 3 van bijgaand Reglement aan de belanghebbende worden kenbaar gemaakt.

Indien de Bijzondere Commissie voor de Volksgezondheid binnen een jaar als bedoeld in de vorige alinea niet tot een eensluidend advies kan komen, doet het Comité van Ministers binnen drie maanden na het verstrijken van deze periode een uitspraak.

Iedere afwijzing van de aanvraag dient te worden gemotiveerd.

2. Voor het plaatsen op de bijlagen van een nieuw bestanddeel en/of nieuwe hulpstof is eensgezinde goedkeuring van de partnerlanden vereist.

3. In bepaalde bijzondere gevallen en in afwijking van het bepaalde in artikel 1 kunnen de bevoegde instanties de inschrijving van de in artikel 1 bedoelde bijlagen van een stof, waarvan zij het gebruik hebben toegestaan, uitstellen, als de aanvrager daarvoor geldige redenen aanvoert.

Het eventueel toegestane uitstel van de inschrijving kan echter niet meer dan 2 jaar bedragen.

4. De voorwerpen en stoffen, als bedoeld in artikel 1 van bijgaand Reglement, moeten voldoen aan de in dit Reglement vastgestelde eisen, alsmede aan de in de bijlagen van genoemd Reglement op te nemen eisen.

De controle hierop wordt verricht op grond van de analysemethoden welke zijn vervat in afzonderlijke reglementen.

5. Het Comité van Ministers, als bedoeld in artikel 1, bepaalt de kenmerken en de toepassingsmodaliteiten van het merkteken, als bedoeld in artikel 4, onder 4 en 5 van bijgaand Reglement.

Artikel 3

Slotbepaling

De Regeringen van de drie Beneluxlanden nemen de nodige maatregelen opdat de bepalingen van het aan deze Beschikking gehechte Reglement op 1 juli 1974 van kracht worden.

GEDAAN te Brussel, op 31 augustus 1973.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) L. J. BRINKHORST

**Reglement betreffende de vervaardiging, het verhandelen
en het gebruik van voorwerpen en stoffen bestemd om in
aanraking te worden gebracht met voedingswaren en -stoffen**

Artikel 1

Definities

In dit Reglement wordt verstaan onder:

a. *Voorwerpen:*

het materiaal, het vaatwerk, de recipiënten, de verpakkingen en de gereedschappen die kennelijk geschikt zijn om te worden gebruikt bij de vervaardiging, de bereiding, de bewaring, de afzet, het vervoer of de behandeling van voedingswaren en -stoffen, of daartoe bestemd zijn danwel als zodanig worden aangeboden.

b. *Stoffen:*

de bestanddelen van voorwerpen en van bekledingsmaterialen bestemd om direct of indirect in aanraking te komen met voedingswaren of -stoffen.

In dit Reglement wordt kauwgom geacht een voedingswaar te zijn.

Artikel 2

Toepassingsgebied

Dit Reglement is van toepassing op niet-eetbare voorwerpen en stoffen die direct of indirect in aanraking komen of bestemd zijn om in aanraking te komen met voedingswaren en -stoffen.

Voorwerpen en stoffen die indirect met voedingswaren in aanraking komen vallen slechts onder het toepassingsgebied van dit Reglement indien en voor zover zij onder normale omstandigheden zekere bestanddelen daarvan op voedingswaren of -stoffen kunnen doen overgaan.

Dit Reglement is niet van toepassing op bedekkingsmiddelen, gebruikt op de korst van kaas, voor zover die niet op eenvoudige wijze van die korst kunnen worden verwijderd.

Artikel 3

Algemene bepalingen

A. De in artikel 1 van dit Reglement omschreven voorwerpen en stoffen moeten aan onderstaande eisen voldoen:

1. zij moeten in zindelijke staat verkeren;
2. zij moeten op eenvoudige wijze van de voedingswaar kunnen worden gescheiden.

B. Het is verboden voorwerpen of stoffen te gebruiken, die aan voedingswaren of -stoffen:

- a. schadelijke bestanddelen afstaan in zulke hoeveelheden dat deze gevaarlijk worden voor de gezondheid;
- b. onschadelijke bestanddelen afstaan in ongewenste hoeveelheden; deze hoeveelheden zullen in voorkomende gevallen in de door het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie op te stellen bijlagen van het onderhavige Reglement worden vastgesteld;
- c. bestanddelen afstaan die duidelijk de geur, de smaak, de kleur, de consistentie of andere essentiële eigenschappen van de voedingswaren of -stoffen op onaanvaardbare wijze veranderen.

Artikel 4

Bijzondere bepalingen

1. In afwijking van de specifieke op de voedingswaren of -stoffen betrekking hebbende reglementering mogen bepaalde vreemde stoffen in de voedingswaren of -stoffen aanwezig zijn, voor zover deze stoffen naar aard of hoeveelheid van de gebruikte voorwerpen of stoffen, eventueel binnen de grenzen gesteld krachtens dit Reglement en de door het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie op te stellen bijlagen van dit Reglement, afkomstig zijn.

2. Ten aanzien van de toevoegsels, toegestaan zowel in de voedingswaren of -stoffen, als in de voorwerpen of stoffen, welke met deze voedingswaren of -stoffen in aanraking komen, blijft de specifieke op deze toevoegsels in de voedingswaren betrekking hebbende reglementering van toepassing.

3. De aanvraag tot plaatsing op de bijlage van een nieuw bestanddeel en/of nieuwe hulpstof, bestemd om deel te gaan uitmaken van de in artikel 1 genoemde voorwerpen en stoffen, moet worden ingediend bij de bevoegde nationale instantie.

De aanvraag dient vergezeld te gaan van de inlichtingen als bedoeld in de vragenlijst, overeenkomstig de „Algemene Richtlijnen” voor de toxicologische beoordeling; het Comité van Ministers, als bedoeld in lid 1, bepaalt het model van de vragenlijst, alsmede de „Algemene Richtlijnen”.

Het volledige dossier inzake de aanvraag dient in 3 exemplaren te worden verstrekt; aan de bevoegde nationale instanties van elk der partnerlanden dient door de nationale instantie van het land waarin de aanvraag is ontvangen één exemplaar van het volledige dossier te worden overgelegd.

4. De fabrikanten, importeurs, bewerkers of verkopers van voorwerpen en stoffen, bestemd voor de industrie en de handel in voedingswaren en -stoffen, zijn verplicht:

- a. te garanderen dat zij beantwoorden aan de bepalingen van dit Reglement;
- b. te verklaren dat deze voorwerpen en stoffen in het bijzonder geschikt zijn voor één of meer van de in artikel 1 bedoelde wijzen van gebruik.

Daartoe zijn zij verplicht hetzij deze voorwerpen en stoffen van een merkteken te voorzien, hetzij in de begeleidende documenten een expliciete aanduiding op te nemen aangaande hun geschiktheid, alsmede het fabrieknummer of elke andere aanduiding aan de hand waarvan deze voorwerpen en stoffen kunnen worden geïdentificeerd.

5. De fabrikanten, importeurs, bewerkers of verkopers van voorwerpen die voor één van de in artikel 1 bedoelde wijzen van gebruik en met het oog op rechtstreekse verkoop aan het publiek in de handel worden gebracht, zijn verplicht op deze voorwerpen of op de verpakking daarvan een merkteken aan te brengen waaruit blijkt dat zij geschikt zijn voor deze wijzen van gebruik.

6. De bepalingen, als bedoeld in het 4de lid inzake het aanbrengen van het merkteken en de bepalingen, als bedoeld in het 5de lid, zijn niet verplicht voor de voorwerpen die kennelijk geschikt zijn voor één van de in artikel 1 bedoelde wijzen van gebruik.

Op 31 augustus 1973 heeft het Comité van Ministers de volgende Beschikking betreffende de harmonisatie der wetgevingen inzake vleesextract, vloeibare aroma's, strooi-aroma's en bouillons vastgesteld:

**Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux
Economische Unie betreffende de harmonisatie der wetgevingen
inzake vleesextract, vloeibare aroma's, strooi-aroma's en bouillons
M (73) 18**

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 de belemmeringen van het vrije verkeer,

Overwegende dat het noodzakelijk is gebleken de Reglementen behorend bij de Aanbevelingen inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende vleesextract en vleesbouillon, M (68) 17, en betreffende spijsaroma's en bouillons, M (68) 15, te herzien,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

De Regeringen van de drie Beneluxlanden nemen de nodige maatregelen opdat de bepalingen van het aan deze Beschikking gehechte Reglement op 1 juli 1974 van kracht worden.

Artikel 2

De Aanbevelingen inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende vleesextract en vleesbouillon, M (68) 17, en betreffende spijsaroma's en bouillons, M (68) 15, vervallen.

GEDAAN te Brussel, op 31 augustus 1973.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) L. J. BRINKHORST

**Reglement inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende
vleesextract, vloeibare aroma's, strooi-aroma's en bouillons**

Artikel 1

Toepassingsgebied

De normen van samenstelling, als bedoeld in artikel 1 van dit Reglement, zijn uitsluitend van toepassing op de in dit Reglement bedoelde produkten, voor zover deze bestemd zijn voor rechtstreekse afzet aan de consument.

1. Vleesextract

a. Definitie

Het produkt, verkregen door concentratie van waterige extracten van vers rundvlees, ontdaan van gecoaguleerde eiwithoudende stoffen en grotendeels van het vet, al dan niet onder toevoeging van keukenzout.

Onder vers rundvlees wordt verstaan alle eetbare delen van skeletspieren van huisdieren behorende tot de familie van de runderen welk vlees geen andere behandeling ter bevordering van de houdbaarheid, dan een koelbehandeling, heeft ondergaan.

b. Normen voor de samenstelling

Het vleesextract moet aan onderstaande eisen voldoen:

- vochtgehalte: maximaal 20 % van het eindprodukt
- totaal kreatininegehalte: minimaal 7 % berekend op de droge stof
- natriumchloride: maximaal 5 % berekend op de droge stof
- vet: maximaal 2 % berekend op de droge stof.

2. Vloeibaar aroma

a. Definitie

Het vloeibare produkt, dat dient tot versterking van de smaak van gerechten en dat wordt verkregen bij afbraak van eiwitten of eiwitrijke stoffen, waaraan al dan niet één of meerdere van onderstaande stoffen zijn toegevoegd:

- vleesextract
- andere extracten van eiwitrijke stoffen
- keukenzout
- specerijen of de natuurlijke extracten of destillaten daarvan
- andere voedingswaren
- glutaminezuur en de kalium-, natrium- en calciumzouten daarvan.

b. *Normen voor de samenstelling*

Het vloeibare aroma moet aan onderstaande eisen voldoen:

- | | | |
|-----------------------------------|---------------|-----------------------------------|
| - soortgelijk gewicht bij 20° C : | minimaal 1,24 | } berekend
op de droge
stof |
| - gehalte aan aminozuurstikstof: | minimaal 3 % | |
| - totaal stikstofgehalte : | minimaal 5 % | |
| - natriumchloride : | maximaal 45 % | |

3. *Strooi-aroma*

a. *Definitie*

Het poedervormig produkt, dat dient tot versterking van de smaak van gerechten, vervaardigd op basis van keukenzout, gedroogde gist of gistextract of eiwithydrolysaat, smaakverbeterende stoffen zoals kruiden, specerijen of extracten daarvan, glutaminezuur en de calcium-, kalium- en natriumzouten daarvan en waaraan groenten, groentenextracten en andere voedingswaren en -stoffen kunnen zijn toegevoegd.

b. *Normen voor de samenstelling*

Het produkt in poedervorm moet aan onderstaande eisen voldoen:

- | | | |
|---------------------------------|---------------|-----------------------------------|
| - aminozuurstikstof : | minimaal 1,5% | } berekend
op de droge
stof |
| - de anti-agglomeratstoffen: | maximaal 1 % | |
| calciumstearaat, aluminium- | afzonderlijk | |
| stearaat, magnesiumstearaat, | of tezamen | |
| natrium-silico-aluminaat en | gebruikt | |
| natriumcalcium-silico-alumi- | | |
| naat en colloïdaal kiezelzuur : | | |

4. *Bouillons en consommé*

a. *Bouillon*

Definitie

Het produkt, verkregen uit een hydrolysaat van eiwitrijke stoffen of derivaten daarvan en waaraan één of meerdere van onderstaande stoffen mogen zijn toegevoegd: vlees, gevogelte, vis, schaal-, schelp- en weekdieren, groenten of hun extracten, vloeibaar aroma, strooi-aroma, eetbare vetten, keukenzout, specerijen of de natuurlijke extracten of destillaten daarvan.

Ter verbetering van de smaak en consistentie van dit produkt mogen verder andere voedingswaren, glutaminezuur en de natrium-, kalium- en calciumzouten daarvan worden toegevoegd.

Normen voor de samenstelling

De bouillon moet aan onderstaande eisen voldoen:

- | | | |
|---------------------------------|-----------------|--|
| - totaal stikstof-
gehalte : | minimaal 350 mg | } per liter van het
gebruiksklare
produkt eventueel
na bereiding vol-
gens de gebruiks-
aanwijzing. |
| - aminozuur-
stikstof : | minimaal 210 mg | |
| - natriumchloride : | maximaal 12,5 g | |

b. *Vleesbouillon*

Definitie

Het produkt, verkregen uit vleesextracten als bedoeld onder 1. en/of door extractie van vers rundvlees of ander vers vlees waaraan hydrolysaten van eiwitrijke stoffen mogen zijn toegevoegd.

Hieraan mogen bovendien worden toegevoegd: vloeibaar aroma, strooi-aroma, eetbare vetten, keukenzout, specerijen of de natuurlijke extracten of destillaten daarvan.

Ter verbetering van de smaak en consistentie van dit produkt mogen verder andere voedingswaren, glutaminezuur en de natrium-, kalium- en calciumzouten daarvan worden toegevoegd.

Normen voor de samenstelling

Vleesbouillon moet aan onderstaande eisen voldoen:

- kreatinine afkomstig : minimaal 70 mg/l van het gebruiksklare produkt eventueel na bereiding volgens de gebruiksaanwijzing van rundvlees
- natriumchloride : maximaal 12,5 g/l van het gebruiksklare produkt eventueel na bereiding volgens de gebruiksaanwijzing.

c. *Vleesconsommé*

Definitie

Vleesbouillon, zoals gedefinieerd onder b. doch met een hoger kreatininegehalte.

Normen voor de samenstelling

Vleesconsommé moet aan onderstaande eisen voldoen:

- kreatinine afkomstig : minimaal 110 mg/l van het gebruiksklare produkt eventueel na bereiding volgens de gebruiksaanwijzing van rundvlees
- natriumchloride : maximaal 12,5 g/l van het gebruiksklare produkt eventueel na bereiding volgens de gebruiksaanwijzing.

Artikel 2

Algemene eisen

1. De in artikel 1 bedoelde produkten moeten bereid zijn op basis van voor menselijke consumptie geschikte grondstoffen.

2. De in artikel 1 bedoelde produkten moeten normaal van geur en smaak zijn.

3. De in artikel 1 bedoelde produkten mogen niet beschimmeld zijn, noch op enig andere wijze bedorven zijn.

Artikel 3

Toegestane toevoegsels

1. In vleesextract is het gebruik van toevoegsels verboden.

2. Vloeibare aroma's, strooi-aroma's, bouillons en consommé mogen slechts de volgende toevoegsels bevatten tot het maximale gehalte en onder de voorwaarden als daarbij vermeld.

Omschrijving van het toevoegsel	Maximum gehalte berekend op het eventueel volgens gebruiksaanwijzing bereide voor directe consumptie gereed zijnde product	Voorwaarden
a) <i>Anti-oxydanten</i> – 1(-)ascorbinezuur en de natrium- en calciumzouten daarvan	0,1%, uitgedrukt in ascorbinezuur	
b) <i>Verdikkingsmiddelen</i> – Alginezuur – Natriumalgiinaat – Kaliumalgiinaat – Calciumalgiinaat – Agar-agar – Carrageen – Johannesbrood - pitmeel – Guarmeel – Tragacanth – Arabische gom – Pectinen – Natriumzout van carboxymethylcellulose	2%, bij afzonderlijk of gezamenlijk gebruik 0,4%	—

Omschrijving van het toevoegsel	Maximum gehalte berekend op het eventueel volgens gebruiksaanwijzing bereide voor directe consumptie gereed zijnde produkt	Voorwaarden
<p>c) <i>Emulgatoren</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Lecithinen - Suikeresters - Sucroglyceriden - Mono- en diglyceriden, verkregen door glycerolyse van eetbare vetten, al dan niet veresterd met één der zuren: azijnzuur, citroenzuur, melkzuur, wijnsteenzuur of diacetylwijnsteenzuur. 	<p>0,2% 0,2% 0,2%</p> <p>0,5%</p>	<p>wanneer het eindprodukt twee of meer van de genoemde stoffen bevat, mag het aandeel van elk dezer stoffen slechts een rekenkundige breuk van de voor het betrokken additief vastgestelde maximumhoeveelheid uitmaken, waarbij de som van de breuken niet meer dan 1 mag bedragen.</p>
<p>d) <i>Fosfaten</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Dinatriumdifosfaat ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$) - Tetranatriumdifosfaat ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) - Pentanatriumtrifosfaat ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$) 	<p>0,1%, uitgedrukt als P_2O_5</p>	<p>—</p>
<p>e) <i>Organische zuren</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Citroenzuur en de natrium-, kalium- en calciumzouten daarvan - Melkzuur en de natrium-, kalium- en calciumzouten daarvan - Wijnsteenzuur en de natrium-, kalium- en calciumzouten daarvan - Azijnzuur en de natrium-, kalium- en calciumzouten daarvan 	<p>—</p>	<p>—</p>
<p>f) <i>Kleurstoffen</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Caramel (E 150) 	<p>—</p>	<p>—</p>
<p>g) <i>Beschermgassen</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Kooldioxyde - Stikstof 	<p>—</p>	<p>uitsluitend in hermetisch verpakte produkten</p>

- 2) voor de buiten Benelux vervaardigde en verpakte producten: de naam of de handelsnaam en het adres, hetzij van de in het buitenland gevestigde producent of een in het buitenland gevestigde verkoper, hetzij van een in Benelux gevestigde verkoper.

Wat betreft de adresaanduiding kan voor rechtspersonen worden volstaan met de vermelding van de vestigingsplaats van hun zetel.

- c. Voor de gebruiksklare producten als bedoeld in artikel 1, onder 1, 2 en 4 de woorden „net(to)-inh(oud)”, in liters of delen van een liter en eventueel daarenboven in borden of koppen en voor het produkt als bedoeld in artikel 1, onder 3 de woorden „net(to)-ge(wicht)” in kilogrammen of in delen van een kilogram.
- d. Voor niet-gebruiksklare producten: het volume van het produkt, verkregen na bereiding volgens gebruiksaanwijzing, gevolgd of voorafgegaan door de aanduiding in liters of delen van liters en eventueel daarenboven in borden of in koppen.

Op of bij de verpakking van het niet-gebruiksklare produkt moet bovendien een goed zichtbare, duidelijk leesbare en onuitwisbare gebruiksaanwijzing voorkomen in de vorm van een voor de consument duidelijk leesbaar en uitvoerbaar voorschrift, waarin o.a. de hoeveelheid water, die aan het produkt moet worden toegevoegd ter verkrijging van de aangegeven hoeveelheid van de waar wordt vermeld.

In de gevallen als bedoeld onder c. en d. eerste alinea, is een bord gelijk aan 250 ml en een kop gelijk aan 150 ml.

- e. Indien de verpakking van het produkt, als bedoeld in artikel 1, onder 4 a., 4 b. of 4 c. is voorzien van de aanvullende aanduiding „geconcentreerd” moet de mate van concentratie van dat produkt zodanig zijn dat, teneinde een gebruiksklaar produkt te verkrijgen dat voldoet aan de daaraan onderscheidenlijk gestelde eisen, aan dat produkt een volume water dient te worden toegevoegd tenminste gelijk aan dat van het produkt.

2. Indien uit de benaming of de presentatie van de in dit Reglement bedoelde producten de aanwezigheid van één of meer bepaalde bestanddelen blijkt, dienen deze bestanddelen in voldoende hoeveelheid aanwezig te zijn om de organoleptische eigenschappen van het produkt merkbaar te beïnvloeden.

3. Onverminderd het elders in dit Reglement bepaalde, moet het gehalte aan kreatinine minimaal 70 mg/l van het eventueel volgens de gebruiksaanwijzing bereide produkt bedragen, indien d.m.v. de aanduidingen, benamingen of afbeeldingen van de in het onderhavig

Reglement bedoelde produkten de aanwezigheid van vlees wordt gesuggereerd.

4. a. De afmetingen van de letters en cijfers der verplichte aanduidingen, als bedoeld onder 1. a., 1. c. en 1. d., eerste alinea moeten de volgende minimumhoogte hebben:
 - 1 mm voor verpakkingen van ten hoogste 10 ml of 10 g;
 - 2 mm voor verpakkingen van meer dan 10 ml of 10 g, doch ten hoogste 200 ml of 200 g;
 - 3 mm voor verpakkingen van meer dan 200 ml of 200 g, doch ten hoogste 2 l of 2 kg;
 - 10 mm voor verpakkingen van meer dan 2 l of 2 kg.
- b. De letters der verplichte aanduidingen, als bedoeld onder 1. b., moeten een minimumhoogte hebben van 1 mm.

Artikel 5

Verbodsbepaling

Het is verboden op of bij de produkten als bedoeld in dit Reglement, in handelsdocumenten, in prospectussen en in andere vormen van publiciteit die betrekking hebben op de produkten, als bedoeld in dit Reglement gebruik te maken van benamingen, aanduidingen, afbeeldingen, tekens of andere vormen van presentatie die misleidend zijn onder meer m.b.t. de aard en samenstelling van de in dit Reglement bedoelde produkten.

Op 31 augustus 1973 heeft het Comité van Ministers de volgende Beschikking betreffende de harmonisatie van de wetgevingen inzake bier vastgesteld:

**Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux
Economische Unie betreffende de harmonisatie van de
wetgevingen inzake bier
M (73) 19**

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 de belemmeringen van het vrije verkeer,

Overwegende dat eenvormige voorschriften inzake bier in de Beneluxlanden dienen te worden toegepast,

Heeft het volgende beslist:

Enig artikel

De Regeringen van de drie Beneluxlanden nemen de nodige maatregelen opdat de bepalingen van het aan deze Beschikking gehechte Reglement op 1 juli 1974 van kracht worden.

GEDAAN te Brussel, op 31 augustus 1973.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) L. J. BRINKHORST

**Reglement betreffende de harmonisatie der wetgevingen
inzake bier**

Artikel 1

Definities

A. Onder *bier* wordt in de zin van dit Reglement verstaan, de drank welke wordt verkregen door alcoholische gisting van wort bereid van zetmeel- en suikerhoudende grondstoffen, van hop (met inbegrip van hoppoeder en hopextract), en van drinkwater.

Naast gerstemout of mout van tarwe mogen voor de bereiding van bier, en uitsluitend tezamen met gerstemout of met mout van tarwe slechts onderstaande zetmeel- of suikerhoudende grondstoffen worden gebruikt:

- a. tarwe, maïs, rijst, gerst en hun onderscheidene verwerkte vormen;
- b. saccharose, invertsuiker, dextrose en glucosestroop.

De totale hoeveelheid van de sub a. en b. bedoelde grondstoffen mag 40 % van het gewicht van de verwerkte zetmeel- of suikerhoudende grondstoffen niet overschrijden.

B. In afwijking van het bepaalde onder A wordt onder *zuur bier* verstaan:

- a. hetzij de drank verkregen door spontane gisting met een extract gehalte van de stamwort van tenminste 11° Plato, een totale zuurgraad van tenminste 30 milli-equivalenten NaOH per liter en een gehalte aan vluchtige zuren van tenminste 2 milli-equivalenten NaOH per liter en die moet worden bereid uit een wort waarvan tenminste 30 % van het totale gewicht van de verwerkte zetmeel- of suikerhoudende grondstoffen uit tarwe bestaat;
- b. hetzij de drank verkregen door bovengisting en met eenzelfde zuurgraad en extractgehalte van de stamwort als het bier bedoeld onder B. a).

Aan zure bieren mogen kersen, kersensap of kersenextract worden toegevoegd.

C. *Alcoholarm bier*

Onder *alcoholarm bier* wordt in de zin van dit Reglement verstaan, bier dat ten hoogste 1 volume procent alcohol bevat en een extractgehalte van de stamwort heeft van tenminste 7° Plato.

Artikel 2

*Toegestane toevoegsels en technische hulpstoffen*A. *Toegestane toevoegsels*

De in dit Reglement bedoelde dranken mogen geen andere dan de navolgende toevoegsels bevatten en wel tot de gehalten als daarbij genoemd.

Omschrijving van de stof	Gehalte
1. Anti-oxydanten	
1.1. 1-ascorbinezuur	max. 50 mg/l
2. Schuimstabilisatoren	
2.1. propyleenglycolalgiinaat	max. 100 mg/l
2.2. ferrosulfaat	max. 2 mg/l, uit-ge- drukt in Fe
3. Organische zuren (pH-corrector)	
3.1. citroenzuur	q.s.
3.2. melkzuur	q.s.
3.3. azijnzuur	q.s.
4. Zoetstoffen	
a. Kunstmatige zoetstoffen	
4.1. saccharine	
max. 150 mg/l in bier van categorie III, als bedoeld in artikel 4 van dit Reglement.	
max. 60 mg/l in bier van categorie II, als bedoeld in artikel 4 van dit Reglement en in zure bieren van de categorieën I en S, als bedoeld in artikel 4 van dit Reglement.	
4.2. Indien in één of meer Beneluxlanden geen gebruik wordt gemaakt van de mogelijkheid als bedoeld in artikel 2, onder a. 4.1., kan de bevoegde nationale instantie van dat (die) land(en), in afwijking van het bepaalde in artikel 2, onder a. 4.1. verbieden dat op het grondgebied van dat (die) land(en) bier in de handel wordt gebracht, voor de bereiding waarvan saccharine is gebruikt.	
b. Glycyrrhizine	
glycyrrhizine bevattende 55 tot 60% ammonium-monoglycyrrhizaat	max. 100 mg/l

Omschrijving van de stof

Gehalte

5. Kleurstoffen

5.1. Kleurstoffen, andere dan karamel (E 150), mogen niet aan de dranken, als bedoeld in artikel 1 van dit Reglement worden toegevoegd.

Andere dan de hierboven bedoelde toevoegsels, toegelaten in de grondstoffen van de in artikel 1 genoemde dranken, mogen in die dranken aanwezig zijn voor zover en voor zoveel zij in die grondstoffen zijn toegelaten, met dien verstande dat de voor de bierbereiding gebruikte mout niet meer dan 0,2 mg gibberellinezuur per kg mag bevatten.

B. *Technische hulpstoffen*

De in artikel 1 bedoelde dranken mogen slechts de navolgende residuen van technische hulpstoffen tot het daarbij vermelde gehalte bevatten:

1. Reductonen	max. 250 mg/l
2. Zwaveligzuur	
max. 10 mg/l in bier van de categorieën I, II en III, als bedoeld in artikel 4 van dit Reglement en max. 20 mg/l in bier van categorie S, als bedoeld in artikel 4 van dit Reglement.	
3. Klaringsmiddelen en filterstoffen	—
(Op korte termijn zal een Beneluxlijst van toegestane klaringsmiddelen en filterstoffen worden opgesteld.)	
4. Eiwitsplitsende enzymen	—
5. Zetmeelsplitsende enzymen	—

Artikel 3

Eisen

1. Geur en smaak van de dranken, als bedoeld in artikel 1, moeten normaal zijn.

2. De dranken, als bedoeld in artikel 1, mogen niet beschimmeld noch kennelijk bedorven zijn.

3. Schadelijke stoffen mogen niet in de dranken, als bedoeld in artikel 1, aanwezig zijn.

4. Met uitzondering van de dranken, als bedoeld in artikel 1, sub B., moet de pH van de in artikel 1 bedoelde dranken hoger zijn dan 3,9.

5. Suikers, die na gisting als zoetende bestanddelen aan de dranken, als bedoeld in dit Reglement, zijn toegevoegd, zijn niet begrepen in de hoeveelheid van 40 %, waarin artikel 1, onder A., laatste alinea voorziet.

Artikel 4

Categorieën

Het extractgehalte van de stamwort van de dranken als bedoeld onder artikel 1, uitgedrukt in graden Plato (g per 100 g), moet gelegen zijn binnen een der onderstaande categorieën:

<i>Verwijzingskenmerk van de categorie</i>	<i>Extractgehalte van de stamwort</i>
S	15,5 of hoger
I	11 t/m 13,5
II	7 t/m 9,5
III	1 t/m 4

Artikel 5

Verplichte aanduidingen op het recipiënt of op het etiket

De dranken, bedoeld in dit Reglement, moeten op het recipiënt of op het etiket van de hierna volgende aanduidingen zijn voorzien. Deze aanduidingen moeten goed leesbaar, duidelijk zichtbaar en onuitwisbaar zijn en in eenzelfde gezichtsveld zijn aangebracht.

1. Het woord „bier”, al dan niet voorafgegaan of gevolgd door een woord dat de soort aangeeft, voor de dranken ressorterende onder de categorieën S, I en II, als bedoeld in artikel 4.

Het woord „tafelbier” voor de drank, ressorterende onder de categorie III, als bedoeld in artikel 4.

De in de eerste en tweede alinea bedoelde verplichte aanduidingen gaan eerst drie jaar na ondertekening van de onderhavige Beschikking in.

2. De vermelding „Cat.” met het verwijzingskenmerk voor de categorie waartoe het bier, krachtens het extractgehalte van de stamwort, als bedoeld onder artikel 4 van dit Reglement, behoort.

3. De inhoud, uitgedrukt in liters of in centiliters.

4. De naam en het adres van de fabrikant of van een verkoper, namelijk:

4.1. voor de in Benelux vervaardigde of verpakte produkten: de naam of de handelsnaam en het adres van de in Benelux gevestigde producent of van een verkoper die in Benelux is gevestigd;

4.2. voor de buiten Benelux vervaardigde en verpakte produkten: de naam of de handelsnaam en het adres, hetzij van de in het buitenland gevestigde producent of een in het buitenland gevestigde verkoper, hetzij van een in Benelux gevestigde verkoper.

Wat betreft de adresaanduiding kan voor rechtspersonen worden volstaan met de vermelding van de vestigingsplaats van hun zetel.

5a. Indien de in dit Reglement bedoelde dranken een kunstmatige zoetstof bevatten, moet de verpakking van deze dranken zijn voorzien van de aanduiding, hetzij „bevat kunstmatige zoetstof”, hetzij het woord „bevat”, gevolgd door de benaming van de gebruikte kunstmatige zoetstof.

b. In afwijking van het bepaalde onder a. mag bier dat maximaal 15 mg/l kunstmatige zoetstof bevat of dat één der benamingen „Gueuze”, „Gueuze-Lambic” of „Lambic” draagt, zonder één der aanduidingen, als bedoeld onder 5.a., uitsluitend in België worden verhandeld.

6a. In afwijking van het bepaalde in artikel 5, onder 1., moet de drank als bedoeld in artikel 1, onder B. a., worden aangeduid met één der volgende benamingen:

- „Gueuze”
- „Gueuze-Lambic”
- „Lambic”;

b. indien aan de drank, als bedoeld in artikel 1, onder B.a., kersen, kersensap of kersenextract is toegevoegd, moet deze drank als „Kriek-Lambic” worden aangeduid.

7. In afwijking van het bepaalde in artikel 5, lid 1 moet de drank, als bedoeld in artikel 1 onder C., zijn aangeduid met één der benamingen „alcoholarm bier”, of „alcoholvrij bier”.

De aanduidingen als bedoeld in dit artikel behoeven niet op fusten te worden aangebracht.

Artikel 6

Inhoudsmaten van de flessen

a. De inhoud van bierflessen moet overeenkomen met één van de onderstaande hoeveelheden: 25 cl, 33 cl, 50 cl, 75 cl en 1,0 l, met dien verstande dat de inhoud van de bierflessen die zuur bier of bier met nagisting op fles bevatten 37 cl mag bedragen;

b. In afwijking van het bepaalde onder a., mag bier door bovengisting verkregen, uitsluitend in België, worden verhandeld in flessen met een inhoud van 66 cl.

- c. In afwijking van het bepaalde onder a., mag bier, uitsluitend in Nederland, worden verhandeld in flessen met een inhoud van 30 cl en 45 cl.
- d. In afwijking van het bepaalde onder a., mag bier, uitsluitend in Luxemburg, worden verhandeld in flessen met een inhoud van 60 cl.

Artikel 7

Slotbepaling

Het is verboden op of bij de waar, in handelsdocumenten, in prospectussen en in alle andere vormen van publiciteit gebruik te maken van benamingen, aanduidingen, afbeeldingen, tekens of andere vormen van presentatie die kunnen misleiden omtrent onder meer de aard en samenstelling van de in dit Reglement bedoelde dranken.

Op 24 september 1973 heeft het Comité van Ministers de volgende Beschikking inzake veterinairerechtelijke voorschriften voor het intra-Benelux-verkeer en de invoer van geslachte, tamme konijnen vastgesteld:

**Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux
Economische Unie inzake veterinairerechtelijke voorschriften
voor het intra-Benelux-verkeer en de invoer van geslachte,
tamme konijnen
M (73) 14**

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 de 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 een der Beneluxlanden;
- b. geslacht, tam konijn: het lichaam van het gestroopt, ontdarmd dier, in zijn geheel of in stukken, met of zonder eetbare slachtafvallen;
- c. bevoegde dienst: de door de centrale overheid aangewezen diensten.

Artikel 2

Het intra-Benelux-verkeer van geslachte, tamme konijnen van oorsprong of herkomst uit een der Beneluxlanden is vrij.

Artikel 3

1. Invoer van geslachte, tamme konijnen is niet toegestaan dan uit hoofde van een voorafgaande algemene of individuele machtiging, verleend door of namens de bevoegde minister van het land van bestemming. De machtiging behelst de invoervoorwaarden, alsmede, voor wat de individuele machtiging betreft, de aanduiding van het douanekantoor waar de zending geslachte, tamme konijnen aan de Benelux-buitengrens moet worden aangeboden en waar deze mach-

tinging aan de bevoegde dienst moet worden overgelegd, hetgeen deze dienst aldaar in het stuk aantekent.

2. Tevens gelden de navolgende voorschriften:
 - a. De zending geslachte tamme konijnen moet vergezeld gaan van een door de officiële veterinaire dienst van het land van verzending op de dag van inlading afgegeven oorsprongs- en gezondheidscertificaat volgens het bij de onderhavige beschikking opgenomen model.
 - b. De bevoegde dienst van het Beneluxland waar de zending aan de buitengrens wordt aangeboden, moet tenminste 24 uur voor aankomst ervan worden verwittigd van het vermoedelijke tijdstip en van het douanekantoor van aanbidding.
 - c. 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 begeleidende oorsprongs- en gezondheidscertificaat, waarvan de inhoud moet beantwoorden aan de in de invoermachtiging gestelde voorwaarden.

Artikel 4

In het oorsprongs- en gezondheidscertificaat dient te zijn vermeld:

- dat het vlees afkomstig is van tamme konijnen die in het land van verzending zijn gemest;
- naam en adres van de exportslachterij, waar de dieren zijn geslacht en verpakt;
- dat het vlees afkomstig is van konijnen die een veterinair ante en post mortem onderzoek hebben ondergaan, waaruit blijkt dat ze gezond waren en vrij van besmettelijke ziekten;
- dat tenminste 30 dagen voor de dag van inlading in het bedrijf van herkomst geen myxomatose of tularemie vastgesteld is en dat geen enkele maatregel van gezondheidspolitie er van toepassing is;
- dat het vlees op hygiënische wijze is bewaard en verpakt.

Artikel 5

1. De zending ten aanzien waarvan niet aan het in de artikelen 3 en 4 bepaalde is voldaan, wordt op bevel van de bevoegde dienst van het Beneluxland waar de 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 bevoegde dienst vernietiging, de verpakking inbegrepen.

De vernietiging geschiedt zonder vergoeding en voor rekening van de invoerder of zijn mandataris.

3. Indien het land van bestemming een ander Beneluxland is dan het land waar de zending werd aangeboden, wordt de bevoegde dienst van het land van bestemming over de krachtens dit artikel getroffen beslissing ingelicht.

Artikel 6

De onderhavige beschikking treedt in werking op de dag van haar ondertekening.

GEDAAN te Brussel, op 24 september 1973.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) L. J. BRINKHORST

MODEL

**Oorsprongs- en gezondheidscertificaat
(invoer geslachte, tamme konijnen)**

Land van verzending:
 Ministerie:
 Bevoegde dienst/district:

I. Aantal verpakkingseenheden; aard en identificatie van de verpakking; nettogewicht:

II. Herkomst van de zending:
 Het vlees is afkomstig van tamme konijnen die op het grondgebied van het land van verzending zijn gemest en geslacht in de exportslachterij:
 (naam en adres)

Naam en adres van de afzender:
 Naam en adres van zijn lasthebber:¹⁾

III. Bestemming van de zending:

– Verzonden uit naar
 (plaats van verzending) (land en plaats van bestemming)
 per spoorwagon²⁾, vrachtwagen²⁾, vliegtuig²⁾, schip²⁾ ¹⁾

– Naam en adres van de ontvanger:

IV. Veterinaire gegevens:

Ondergetekende, officieel dierenarts, verklaart dat de hierboven bedoelde zending op het moment van inlading voldoet aan de volgende voorwaarden:

- het vlees is afkomstig van tamme konijnen die een veterinair ante en post mortem onderzoek hebben ondergaan, daarbij gezond en vrij van besmettelijke ziekten zijn bevonden;
- tenminste 30 dagen voor de dag van inlading is in het bedrijf van herkomst geen myxomatose noch tularemie vastgesteld en geen enkele maatregel van gezondheidspolitie is er van toepassing;
- het vlees is op hygiënische wijze bewaard en verpakt.

Gedaan te, de
 (dag van inlading)

De officiële dierenarts,

(handtekening, naam, en dienststempel)

¹⁾ Doorhalen hetgeen niet van toepassing is.

²⁾ Bij verzending per spoorwagon of vrachtwagen het kenteken of nummer vermelden; bij verzending per vliegtuig het nummer van de vlucht en bij verzending per schip de naam van het schip vermelden.

Op 2 april 1973 heeft de Ministeriële Werkgroep van Volksgezondheid de volgende Beschikking ter vaststelling van de registratierechten van farmaceutische specialiteiten voor menselijk gebruik vastgesteld:

**Beschikking van de Ministeriële Werkgroep van Volksgezondheid
ter vaststelling van de registratierechten van farmaceutische
specialiteiten voor menselijk gebruik
M/SP (73) 1**

De Ministeriële Werkgroep van Volksgezondheid van de Benelux Economische Unie,

Gelet op artikel 2 van de Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie tot instelling van een Ministeriële Werkgroep van Volksgezondheid, van 18 oktober 1972 (M (72) 20) ¹⁾,

Gelet op artikel 2 van de Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende farmaceutische specialiteiten en geprefabriceerde geneesmiddelen voor menselijk gebruik, welke in de drie Beneluxlanden in de handel zijn of daartoe bestemd zijn, van 18 oktober 1972 (M (72) 21) ²⁾,

Gelet op artikel 17, lid 3, van de Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie tot instelling van een Gemeenschappelijke Benelux Dienst voor Registratie van Geneesmiddelen, van 18 oktober 1972 (M (72) 22) ³⁾,

Gelet op het advies van het Bureau,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

De hoogte van het door de aanvrager te betalen registratierecht voor de produkten bedoeld in artikel 2 van de Beschikking van 18 oktober 1972, M (72) 21 wordt voor het jaar 1973 bepaald op 5.000 F per produkt.

Artikel 2

De hoogte van het door de aanvrager te betalen registratierecht voor de farmaceutische specialiteiten bedoeld in artikel 20 van het Reglement behorende bij de Beschikking van het Comité van

¹⁾ Tekst in *Trb.* 1973, 10, blz. 2 en 3.

²⁾ Tekst in *Trb.* 1973, 10, blz. 14 e.v.

³⁾ Tekst in *Trb.* 1973, 10, blz. 4 e.v.

Ministers inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende farmaceutische specialiteiten en geprefabriceerde geneesmiddelen voor menselijk gebruik, welke in de drie Beneluxlanden in de handel zijn of daartoe bestemd zijn, van 18 oktober 1972 (M (72) 21), wordt voor het jaar 1973 bepaald op 36.000 F per produkt.

Indien echter voor een produkt er verscheidene doseringen aan actieve bestanddelen voor éénzelfde farmaceutische vorm zijn, zal het recht slechts eenmaal verschuldigd zijn, mits de dossiers gelijktijdig worden ingediend.

Artikel 3

De aanvrager dient bij de aanmelding van de produkten bedoeld in artikel 1 en bij de aanvraag voor registratie van produkten bedoeld in artikel 2 een bewijs van storting van bovenbedoelde bedragen te voegen.

Artikel 4

Deze Beschikking treedt in werking op de dag van haar ondertekening.

GEDAAN te Brussel, op 2 april 1973.

De Voorzitter van de Ministeriële Werkgroep van Volksgezondheid,
(w.g.) J. DE SAEGER

MET BETREKKING TOT DEEL 3, HOOFDSTUK 5

Op 24 september 1973 heeft het Comité van Ministers de volgende Beschikking betreffende de vaststelling van enkele bijzondere gemeenschappelijke regels voor pendelverkeer met autobussen (autocars) en voor de bijzondere vormen van geregeld vervoer met autobussen vastgesteld:

**Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux
Economische Unie betreffende de vaststelling van enkele bijzondere
gemeenschappelijke regels voor pendelvervoer met autobussen
(autocars) en voor de bijzondere vormen van geregeld vervoer
met autobussen
M (73) 15**

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,
Gelet op artikel 86 lid 2 van het Unieverdrag,

Gelet op artikel 21 van de Verordening (EEG) nr. 516/72 van de Raad van de Europese Gemeenschappen van 28 februari 1972 betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke regels voor pendelvervoer met autobussen (autocars) tussen de Lidstaten (Pb EG 20 maart 1972, nr. L 67/13),

Gelet op artikel 20 van de Verordening (EEG) nr. 517/72 van de Raad van de Europese Gemeenschappen van 28 februari 1972 betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke regels voor het geregeld vervoer en de bijzondere vormen van geregeld vervoer met autobussen tussen de Lidstaten (Pb EG 20 maart 1972, nr. L 67/19),

Overwegende dat het gewenst is gebruik te maken van de geboden gelegenheid om op multilaterale basis in bepaalde gevallen af te wijken van voorschriften van de voornoemde Verordeningen,

Heeft het volgende beslist:

Hoofdstuk I. Toepassingsgebied

Artikel 1

Deze Beschikking is van toepassing op:

- a. het pendelvervoer als bedoeld in artikel 5 in de Verordening (EEG) nr 516/72 van de Raad van de Europese Gemeenschappen van 28 februari 1972 betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke regels voor pendelvervoer met autobussen (autocars) tussen de Lidstaten voor zover dit vervoer wordt uitgevoerd tussen Beneluxlanden of vanuit het Beneluxland waar de vervoeronderneming is gevestigd in doorvoer door een ander Beneluxland;

- b. de bijzondere vormen van geregeld vervoer, als bedoeld in de Verordening (EEG) nr. 517/72 van de Raad van de Europese Gemeenschappen van 28 februari 1972 betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke regels voor het geregeld vervoer en de bijzondere vormen van geregeld vervoer met autobussen tussen de Lidstaten, voor zover dit vervoer tussen twee Beneluxlanden wordt uitgevoerd over een traject korter dan 100 km gelegen in een zone die zich uitstrekt over een breedte van niet meer dan 50 km hemelsbreed aan weerszijden van de grens.

Hoofdstuk II. Pendelvervoer

Artikel 2

1. De Beneluxlanden komen ten aanzien van pendelvervoer, als bedoeld in artikel 1, onder a, overeen dat in afwijking van de artikelen 13, 14 en 16 van de vorengenoemde Verordening (EEG) nr. 516/72, het Beneluxland op wiens grondgebied zich de plaats bevindt waar de reizigers moeten worden opgenomen om naar de plaats van verblijf te worden gebracht, de vergunning voor pendelvervoer verleent zonder tussenkomst van andere Beneluxlanden.

2. Het land dat de vergunning verleent zendt een afschrift daarvan aan de andere betrokken Beneluxlanden.

Hoofdstuk III. Bijzondere vormen van geregeld vervoer

Artikel 3

De Beneluxlanden komen ten aanzien van de bijzondere vormen van geregeld vervoer, als bedoeld in artikel 1 onder b, het volgende overeen:

- a. af te wijken van artikel 3, leden 3 en 4 van de vorengenoemde Verordening (EEG) nr. 517/72 in dier voege dat een vereenvoudigd model van vergunning gebezigd wordt dat in gemeenschappelijk overleg tussen de drie administraties wordt vastgesteld;
- b. af te wijken van artikel 4, lid 2 van dezelfde Verordening in dier voege dat de houder van de vergunning het vervoer mag beëindigen indien naar het oordeel van de bevoegde autoriteit de behoefte daaraan heeft opgehouden te bestaan;
- c. artikel 10, lid 1 van dezelfde Verordening niet toe te passen;
- d. artikel 12, lid 3, sub b van dezelfde Verordening voor zover hierin wordt verwezen naar art. 3, lid 3, niet toe te passen;
- e. af te wijken van artikel 17, lid 1 van dezelfde Verordening in dier voege dat met de aanwezigheid van een gewaarmerkt afschrift van de vergunning in het voertuig kan worden volstaan;

- f. af te wijken van artikel 17, leden 2 en 3 van dezelfde Verordening in dier voege dat de statistische gegevens welke houders van de vergunning krachtens hun nationale wetgeving dienen te verstrekken desgevraagd tussen de Beneluxlanden kunnen worden uitgewisseld.

Hoofdstuk IV. Slotbepalingen

Artikel 4

Deze Beschikking treedt in werking 30 dagen na de datum van ondertekening.

GEDAAN te Brussel, op 24 september 1973.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) L. J. BRINKHORST

4. Aanbevelingen ¹⁾

De op blz. 166 t/m 170 van *Trb.* 1970, 29, blz. 70 en 71 van *Trb.* 1971, 186 en blz. 72 van *Trb.* 1972, 31 afgedrukte opgave van aanbevelingen welke in overeenstemming met artikel 19, letter c, door het Comité van Ministers zijn aangenomen, ware als volgt aan te vullen:

Aanbeveling tot wijziging en aanvulling van het reglement behorende bij de Aanbeveling van 9 december 1970, M (70)21, inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende de te nemen maatregelen tegen de invoer van voor planten en plantaardige produkten schadelijke organismen M (73) 10.

Aanbeveling betreffende bepaalde machines, gebruikt in de leder- en huidenindustrie M (73) 22.

Aanbeveling betreffende de persluchtcaissons M (73) 23.

Aanbeveling betreffende de houtbewerkingsmachines M (73) 24.

Aanbeveling betreffende de gelijke behandeling van al de personen gevestigd in de Benelux Economische Unie, ten opzichte van de afgifte van vergunningen van elk partnerland M (73) 25.

¹⁾ Voor de tekst van de aanbevelingen zie het *Benelux-Publikatieblad*.

Uitgegeven de vierentwintigste april 1974.

De Minister van Buitenlandse Zaken a.i.,
J. M. DEN UYL.

INHOUD	Blz.
A. TITEL	1
B. TEKST	1
D. PARLEMENT	1
E. BEKRACHTIGING	1
G. INWERKINGTREDING	1
J. GEGEVENS	1
2. Overeenkomsten	2
3. Beschikkingen van het Comité van Ministers	5
<i>Ingevolge Protocol afschaffing controles aan de binnengrenzen van Benelux</i>	
Beschikking betreffende de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek inzake melkpoeder M (73) 11	5
Beschikking betreffende de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek inzake geëvaporeerde en gecondenseerde melk M (73) 12	19
Beschikking inzake de materiële en hygiënische eisen te stellen aan slachtinrichtingen en uitsnijderijen M (73) 13	43
Beschikking inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende soepen M (73) 16	45
Beschikking betreffende de vervaardiging, het verhandelen en het gebruik van voorwerpen en stoffen bestemd om in aanraking te worden gebracht met voedingswaren en -stoffen (M 73) 17	53
Beschikking betreffende de harmonisatie der wetgevingen inzake vleesextract, vloeibare aroma's, strooi-aroma's en bouillons M (73) 18	58
Beschikking betreffende de harmonisatie van de wetgevingen inzake bier M (73) 19	67
Beschikking inzake veterinairerechtelijke voorschriften voor het intra-Benelux-verkeer en de invoer van geslachte, tamme konijnen M (73) 14	74
Beschikking ter vaststelling van de registratierechten van farmaceutische specialiteiten voor menselijk gebruik M/SP (73) 1	78
<i>Met betrekking tot deel 3, hoofdstuk 5</i>	
Beschikking betreffende de vaststelling van enkele bijzondere gemeenschappelijke regels voor pendelvervoer met autobussen (autocars) en voor de bijzondere vormen van geregeld vervoer met autobussen M (73) 15	80
4. Aanbevelingen	82