1 (1958) Nr. 20

TRACTATENBLAD

VAN HET

KONINKRIJK DER NEDERLANDEN

JAARGANG 1981 Nr. 50

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.

Voor wijzigingen van Verdrag en Uitvoeringsprotocol zie *Trb.* 1979, 157.

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, *Trb.* 1973, 10, *Trb.* 1974, 55, 76 en 187, *Trb.* 1975, 75 en 153, *Trb.* 1976, 56, *Trb.* 1977, 173, *Trb.* 1978, 49, *Trb.* 1979, 42 en 157 en *Trb.* 1980, 62.

1. Verwijzingen

Zie *Trb.* 1958, 18, *Trb.* 1960, 124, *Trb.* 1970, 29, *Trb.* 1971, 186 en *Trb.* 1977, 173.

Voor het op 26 juni 1945 te San Francisco tot stand gekomen Statuut van het Internationale Gerechtshof zie ook *Trb.* 1979, 36.

2. Overeenkomsten

b. Overeenkomsten in het kader van de Benelux Economische Unie

Zie *Trb.* 1970, 29, *Trb.* 1971, 186, *Trb.* 1972, 31, *Trb.* 1974, 55, 76 en 187, *Trb.* 1975, 75, *Trb.* 1977, 173 en *Trb.* 1979, 42.

Voor het op 26 januari 1976 te Brussel tot stand gekomen Zesde Protocol bij het Verdrag tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg tot unificatie van accijnzen en van het waarborgrecht zie ook *Trb.* 1980, 142.

Voor het op 15 juni 1970 te Brussel tot stand gekomen Protocol tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg tot vaststelling van een Benelux-tarief van invoerrechten, met Bijlage, zie ook *Trb.* 1979, 170.

d. Overeenkomsten inzake het personenverkeer

Zie *Trb.* 1970, 29, *Trb.* 1971, 186, *Trb.* 1972, 31, *Trb.* 1974, 55, *Trb.* 1975, 55, *Trb.* 1977, 173 en *Trb.* 1979, 42.

Voor de op 25 november 1975 te Paramaribo tot stand gekomen Overeenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg, enerzijds, en de Republiek Suriname, anderzijds, inzake de afschaffing van de visumplicht zie ook *Trb.* 1980, 152.

e. Andere Overeenkomsten

Zie *Trb.* 1970, 29, *Trb.* 1971, 186, *Trb.* 1974, 55, 76 en 187, *Trb.* 1977, 173 en *Trb.* 1979, 42.

Voor het op 26 november 1973 te 's-Gravenhage tot stand gekomen Overeenkomst tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg houdende eenvormige wet betreffende de dwangsom (met Bijlage), zie ook *Trb.* 1980, 40.

Voorts is nog tot stand gekomen:

Protocol inzake de bekendmaking in het Benelux-Publikatieblad van bepaalde gemeenschappelijke rechtsregels voor de uitleg waarvan het Benelux-Gerechtshof bevoegd is; Brussel, 6 februari 1980 (tekst in *Trb.* 1980, 43).

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 24 juni 1980 heeft het Comité van Ministers de volgende beschikking inzake een tweede wijziging van de beschikking M(76)40 vastgesteld:

Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie houdende tweede wijziging van de beschikking M(76)40 inzake veterinairrechtelijke voorschriften voor het intra-Benelux-verkeer en de invoer van papegaaiachtigen
M(80)2

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 Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie inzake veterinairrechtelijke voorschriften voor het intra-Benelux-verkeer en de invoer van papegaaiachtigen, M(76)40, zoals gewijzigd bij Beschikking M(78)13 van 14 november 1978,

Overwegende dat bij invoer van papegaaiachtigen uit een derde land in de Beneluxlanden bij deze dieren de ziekte van Pacheco is vastgesteld,

Overwegende dat Beschikking M(76)40 niet voorziet in deze ziekte doch dat het ter voorkoming van insleep van deze besmettelijke dierziekte noodzakelijk is hierin te voorzien,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

a. In artikel 4 van de Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie van 25 november 1976 inzake veterinairrechtelijke voorschriften voor het intra-Benelux-verkeer en de invoer van papegaaiachtigen, M(76)40, wordt het onderdeel onder 4.b als volgt gelezen:

– de vogels gedurende 45 dagen voorafgaande aan de dag van inlading

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

in een officieel erkende quarantaine-inrichting hebben verbleven gedurende dewelke geen enkel geval van klassieke vogelpest, pseudo-vogelpest, vogelcholera, psittacose, pullorum of Pachecoziekte is geconstateerd.

b. In artikel 8 van genoemde Beschikking wordt het onderdeel onder 2.a als volgt gelezen:

– verdenking of constatering van klassieke vogelpest, pseudo-vogelpest, vogelcholera, psittacose, pullorum of Pachecoziekte moeten onmiddellijk aan de officiële dierenarts worden gemeld.

c. In V van de bijlage van genoemde Beschikking wordt onderdeel b als volgt gelezen:

– de vogels hebben gedurende 45 dagen voorafgaande aan de dag van inlading in een officieel erkende quarantaine-inrichting verbleven gedurende dewelke geen enkel geval van klassieke vogelpest, pseudo-vogelpest, vogelcholera, psittacose, pullorum of Pachecoziekte is geconstateerd.

Artikel 2

1. De onderhavige Beschikking treedt in werking op 1 oktober 1980.

2. Binnen zes maanden te rekenen vanaf 1 oktober 1980 brengt ieder der drie Regeringen verslag uit aan het Comité van Ministers over de maatregelen die zijn getroffen ter uitvoering van onderhavige Beschikking. Bij dit verslag zal de tekst van de nationale uitvoeringsmaatregelen worden gevoegd.

GEDAAN te Brussel, op 24 juni 1980.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) Ch. F. NOTHOMB

Op 24 juni 1980 heeft het Comité van Ministers de volgende beschikking tot wijziging van de beschikking M(76)12 vastgesteld:

Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie tot wijziging van de beschikking van 26 januari 1976, M(76)12, betreffende de procedure voor de samenwerking bij wering en bestrijding van dierziekten
M(80)3

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 Beschikking van 26 januari 1976, M(76)12, gewijzigd bij Beschikking van 14 november 1978, M(78)12, betreffende de procedure voor de samenwerking bij werking en bestrijding van dierziekten,

Overwegende dat het noodzakelijk is gebleken de als bijlage aan deze Beschikking gehechte lijst van dierziekten aan te vullen,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

In de opsomming van dierziekten, vermeld in de lijst van dierziekten, als bijlage gehecht aan Beschikking M(76)12 zoals die is gewijzigd bij Beschikking M(78)12 van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie betreffende de procedure voor de samenwerking bij wering en bestrijding van dierziekten wordt na encephalomyelitis viralis (bij eenhoevigen) ingevoegd:

- Besmettelijke lymphaten ontsteking.

Artikel 2

1. De onderhavige Beschikking treedt in werking drie maanden na ondertekening.

2. Binnen zes maanden te rekenen vanaf die datum brengt ieder der drie Regeringen verslag uit aan het Comité van Ministers over de maatregelen die zijn getroffen ter uitvoering van de onderhavige Beschikking. Bij dit verslag zal de tekst van de nationale uitvoeringsmaatregelen worden gevoegd.

GEDAAN te Brussel, op 24 juni 1980.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) Ch. F. NOTHOMB

Op 24 juni 1980 heeft het Comité van Ministers de volgende beschikking tot wijziging van de beschikking M(73)34 vastgesteld:

Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie tot wijziging van de beschikking inzake poeders en andere samengestelde produkten bestemd voor de bereiding van pudding en soortgelijke waren, M(73)34 van 26 november 1973
M(80)4

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 Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie betreffende de harmonisatie der wetgevingen inzake poeders en andere samengestelde produkten bestemd voor de bereiding van pudding en soortgelijke waren, M(73)34 van 26 november 1973, gewijzigd door Beschikking M(76)7 van 26 januari 1976,

Gelet op de richtlijn van 23 oktober 1962 van de Raad van de Europese Economische Gemeenschappen inzake kleurstoffen, welke kunnen worden gebruikt in voor menselijke voeding bestemde waren en alle hierop aangebrachte wijzigingen,

Gelet op de aanbeveling van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende kleurstoffen, welke kunnen worden gebruikt in voor menselijke voeding bestemde waren, M(63)18 van 23 september 1963,

Overwegende dat het om redenen van toxicologische aard niet langer verantwoord is kleurstoffen zonder kwantitatieve restricties in poeders en andere samengestelde produkten bestemd voor de bereiding van pudding en soortgelijke waren toe te laten,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

Het bepaalde in III.b van het Reglement behorende bij de Beschikking inzake de harmonisatie der wetgevingen inzake poeders en andere samengestelde produkten bestemd voor de bereiding van pudding en soortgelijke waren, M(73)34, dient als volgt te worden gelezen:

„A Additief		B Toegelaten doses	C Toegelaten in
b.1.	– caramel E-150 – xanthofyllen E-161 – bietenrood E-162 – anthocyanen E-163	q.s.	De onder II gedefinieerde produkten
b.2.	– tartrazine E-102 – indigotine E-132 – koperchlorofyl E-141 – briljantzuurgroen E-142 – carotenoïden E-160	elk maximaal 100 mg/kg berekend op de waar, bereid volgens gebruiksaanwijzing	De onder II gedefinieerde produkten
b.3.	– oranjegeel S, E-110 – erytrosine E-127 – patentblauw V, E-131 – cochenillerood A (ponceau 4R) E-124	elk maximaal 50 mg/kg berekend op de waar, bereid volgens gebruiksaanwijzing	De onder II gedefinieerde produkten
b.4.	– azorubine E-122	maximum 20 mg/kg berekend op de waar, bereid volgens gebruiksaanwijzing	De onder II gedefinieerde produkten

Het totaal van de gehaltes aan kleurstoffen, genoemd onder b.2, b.3 en b.4, mag ten hoogste 200 mg/kg, berekend op de waar bereid volgens gebruiksaanwijzing, bedragen.".

Artikel 2

1. De Regeringen van de drie landen nemen de nodige maatregelen opdat de bepalingen van de onderhavige beschikking 12 maanden na de ondertekening ervan van kracht worden.

De in artikel 1 genoemde produkten, die vóór het in de eerste alinea bedoelde tijdstip werden gefabriceerd, bereid of in de Beneluxlanden in de handel werden gebracht en die niet aan de bepalingen van deze beschikking voldoen, mogen gedurende een overgangsperiode tot 24 maanden na de ondertekening van deze beschikking in de handel worden gebracht.

2. Binnen 6 maanden te rekenen vanaf het onder punt 1, eerste alinea bedoelde tijdstip brengt ieder der drie Regeringen verslag uit aan het Comité van Ministers over de maatregelen die zijn getroffen ter uitvoe-

ring van onderhavige beschikking. Bij dit verslag zal de tekst van de nationale uitvoeringsmaatregelen worden gevoegd.

GEDAAN te Brussel, op 24 juni 1980.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) Ch. F. NOTHOMB

Op 17 oktober 1980 heeft het Comité van Ministers de volgende beschikking betreffende de toepassing van Beneluxreferentiemethoden van onderzoek inzake eetbare oliën vastgesteld:

Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie betreffende de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek inzake eetbare oliën
M(80)5

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 Beschikking van het Comité van Ministers van 31 augustus 1973 inzake de harmonisatie der wetgevingen inzake eetbare oliën, M(73)29,

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

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

Heeft het volgende beslist:

Enig artikel

1. De Regeringen van de drie Beneluxlanden nemen de nodige maatregelen opdat de bepalingen van het aan deze Beschikking gehechte Reglement, als enige referentiemethode op 1 oktober 1980 worden aanvaard.

2. Uiterlijk 6 maanden na afloop van de in het eerste lid genoemde termijn brengt ieder der drie Regeringen verslag uit aan het Comité van Ministers over de maatregelen die zijn getroffen ter uitvoering van onderhavige Beschikking. Bij dit verslag zal de tekst van de nationale uitvoeringsmaatregelen worden gevoegd.

GEDAAN te Brussel, op 17 oktober 1980.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) G. THORN

M(80)5

Bijlage

Referentiemethoden van onderzoek inzake eetbare oliën

I. Antioxydanten

1. *Kwalitatief onderzoek*

1.1. *Apparatuur*

Gebruikelijke laboratorium hulpmiddelen, evenals:

1. Ontwikkelbak voor dunnelaagchromatografie, geschikt voor dunnelaagplaten van 200 x 200 mm.

2. Dunnelaagplaten 200 x 200 mm, voorzien van Macherey en Nagel(*) kiezelgel G-HR of gelijkwaardig, laagdikte 0,40 mm. Weeg 30 g M en N kiezelgel G-HR af in een konische kolf met ingeslepen glazen stop van 300 ml, voeg 60 ml gedestilleerd water toe, plaats de stop op de kolf en homogeniseer de kolfinhoud gedurende 1 minuut op een schudmachine. Strijk de suspensie uit met behulp van een uitstrijkapparaat op de dunnelaagplaten van 200 x 200 mm, zodanig dat een laagdikte van 0,40 mm ontstaat. Laat de platen één nacht aan de lucht drogen

---

(*) Het vermelden van handels- en/of merknamen vormt geen aanbeveling doch dient alleen ter identificatie.

en bewaar ze in een exsiccator boven silicagel. Activeer de platen vlak voor het gebruik door ze 1 uur in een droogstoof van 60°C te plaatsen.

3. Rotatieverdamper.

4. Elektrisch verwarmde droogstof, goed ventileerbaar en ingesteld op 103 ± 2°C.

5. Elektrisch verwarmde droogstof, goed ventileerbaar en ingesteld op 60 ± 2°C.

1.2. *Reagentia*

1. Ethanol p.a., absoluut.
2. Petroleumether, kooktraject 40–60°C.
3. Acetonitril p.a.
4. Benzeen p.a.
5. IJsazijn p.a.
6. Methanol p.a., absoluut.
7. n-Propylgallaat (PG).
8. n-Octylgallaat (OG).
9. n-Dodecylgallaat (DG).
10. Ascorbylpalmitaat (AP).
11. 3-t-Butyl-4-hydroxyanisol (BHA).
12. 3,5-di-t-Butyl-4-hydroxyanisol (DBHA).
13. 3,5-di-t-Butyl-4-hydroxytolueen (BHT).
14. t-butylhydrochinon (TBH).
15. Acetonitril, met petroleumether verzadigd. Breng 900 ml acetonitril p.a. in een 1000 ml fles, voeg 100 ml petroleumether 40–60°C en een weinig $CaCl_2$ toe, meng, plaats de stop op de fles en laat een nacht staan.
16. Petroleumether (40–60), met acetonitril verzadigd. Breng 900 ml petroleumether (40–60) in een 1000 ml fles, voeg 100 ml acetonitril p.a. en een weinig $CaCl_2$ toe, meng, plaats de stop op de fles en laat een nacht staan.
17. Spuitreagens; 0,5% (m/v) oplossing van 2,6-dichloorchinonchloorimide in absolute ethanol p.a. Los 500 mg 2,6-dichloorchinonchloorimide op in 100 ml absolute ethanol p.a.
18. Ontwikkelvloeistof, meng vlak voor het gebruik 2 volumedelen petroleumether (40–60) met 2 volumedelen benzeen p.a. en 1 volumedeel ijsazijn p.a.

1.3. *Referentie-oplossingen*

1. Los van elk der onder 1.2.7 tot en met 1.2.13 genoemde antioxydanten 100 mg op in methanol (1.2.6), vul met methanol in een 100 ml maatkolf tot de maatstreep aan en meng; 0,1%-ige (m/v) oplossing.

2. Maak op de wijze aangegeven onder 1.3.1 voor t-butylhydrochinon een 0,2%-ige (m/v) oplossing.

1.4. *Isolatie*

1. Los 7,5 à 10 gram olie of vet op in 100 ml petroleumether 40–60 en breng de oplossing over in een scheitrechter van 500 ml.

2. Spoel het gebruikte glaswerk met 25 ml met petroleumether verzadigd acetonitril (1.2.15) en voeg de spoelvloeistof bij de inhoud van de scheitrechter (1.4.1). Schud gedurende één minuut en laat de acetonitril fase (onderste fase) af in een scheitrechter van 250 ml.

Opmerking:

Eventueel optredende emulsies kunnen gemakkelijk worden gebroken door een acetonitril fase onder voorzichtig omzwenken te verwarmen onder stromend water van circa 50°C.

3. Herhaal de onder 1.4.2 aangegeven extractie nog driemaal.

4. Schud de verzamelde acetonitrilextracten tweemaal uit met telkens 15 ml met acetonitril verzadigde petroleumether 40–60 (1.2.16).

5. Breng het acetonitrilextract over in een 150 ml rond bodemkolfje en damp het oplosmiddel aan een rotatieverdamper bij een zo laag mogelijke temperatuur onder vacuüm af. De temperatuur van het waterbad mag niet hoger dan 40°C zijn.

6. Neem het residu op in 2 ml absolute methanol en breng de oplossing over in een klein voorraadflesje. De oplossing moet gefiltreerd worden indien het residu niet geheel in oplossing is gegaan.

Opmerking:

Bij verwachte antioxydantgehaltes van minder dan 0,01% verdient het aanbeveling het residu in 1 ml methanol op te nemen.

1.5. *Chromatografie en detectie*

1. Breng zoveel ontwikkelvloeistof (1.2.18) in de ontwikkelbak dat het vloeistofoppervlak ca. 1 cm boven de bodem van de bak staat. Plaats twee stukken filtreerpapier van elk 200 x 200 mm in de bak en sluit deze met het bijbehorende deksel af. Laat de ontwikkelbak ter verzadiging met damp van de loopvloeistof 1 à 2 uur bij kamertemperatuur op een donkere plaats staan.

2. Breng 10 à 20 μl van het onder 1.4.6 verkregen extract op twee startpunten van een vlak voor het gebruik 1 uur op 60°C geactiveerde dunnelaagplaat (1.1.2).

3. Breng vervolgens op zeven andere startpunten telkens 4 μl van één der onder 1.3.1 en 1.3.2 vermelde referentie-oplossingen op.

Opmerkingen:

– De afstand tussen de startpunten en de onderkant van de dunnelaag dient ca. 2 cm te zijn terwijl de afstand tussen de startpunten onderling eveneens ca. 2 cm moet bedragen.

– Per startpunt kunnen ook meerdere standaardoplossingen gecombineerd worden opgebracht.

4. Trek op 15 cm afstand van de startpunten een lijn evenwijdig aan de startlijn. Plaats de plaat in de ontwikkelbak en ontwikkel de plaat tot de afstand tussen de startlijn en het loopmiddelfront 15 cm bedraagt. Het ontwikkelen van de plaat dient eveneens op een donkere plaats te gebeuren.

5. Neem de plaat uit de bak en laat aan de lucht drogen.

6. Besproei de plaat in een zuurkast met de 0,5% (m/v) oplossing van 2,6-dichloorchinonchloorimide (1.2.17) en plaats deze vervolgens gedurende 10 à 15 minuten in een droogstof van 103 ± 2°C.

Opmerking:

Voor het zichtbaar maken van de gallaten kan in plaats van 2,6-dichloorchinonchloorimide ook een 1%-ige (m/v) oplossing van ijzer (III) chloride in water worden gebruikt.

7. Neem de plaat uit de droogstof en vergelijk de kleur evenals de Rf-waarden van de vlekken van de referentie-oplossingen met die van het opgebrachte extract.

8. Extra informatie omtrent de identiteit der antioxydanten kan worden verkregen door de tot kamertemperatuur afgekoelde plaat ongeveer 30 seconden in een met ammoniakdampen verzadigde ontwikkelbak te plaatsen.

9. Vergelijk de Rf-waarden x 100 evenals de na bespuiting met 2,6-dichloorchinonchloorimide resp. na behandeling met ammonia waargenomen kleuren resp. kleurveranderingen met de in tabel 1 vermelde gegevens. Aan de in deze tabel vermelde Rf-waarden x 100 mag echter geen absolute waarde toegekend worden omdat de Rf-waarden van plaat tot plaat verschillen.

2. *Tocoferolen*

2.1. *Beginsel*

De kwantitative extractie van tocoferolen met het onverzeepbare wordt uitgevoerd volgens bestaande voorschriften. (The Analyst 84, 356 (1959) – J.A.O.A.C. 49, 580 (1966).

De afzondering van de sterolen op gestandardiseerd florisil zuivert in sterke mate de tocoferolen van storende pieken bij de G.L.C.-analyse.

In de afgezonderde fractie die de totaliteit der tocoferolen bevat kunnen alfa, gamma en delta tocoferol zonder moeilijkheden worden gescheiden. De toevoeging van een inwendige standaard die niet interfereert met aanwezige componenten uit de te onderzoeken fractie laat toe de verhouding te bepalen van de tocoferolen tot de I.S. De omzetting van de sterol-vrije fractie van het onverzeepbare in trimethyl silylderivaten voert tot een goede reproduceerbaarheid der antwoorden en tot een recovery van meer dan 90% van het toegevoegde tocoferol. De verkregen G.L.C.-antwoorden worden in ponderale verhoudingen omgezet na aflezing op een ijkcurve die met zuivere reactieven wordt opgemaakt.

2.2. *Reagentia*

1. Verse alcoholische pyrogallol opl. 5% (m/v) in ethanol 96°.

2. Verse alcoholische KOH opl. (30 ml ethanol + 3 ml KOH opl. (3 + 2).

3. Ethanol 96°.

4. Vers gedistilleerde peroxyde en watervrije diëthylether.

5. Gestandardiseerde florisil: was florisil met water tot afwezigheid van SO_4. Droog en activeer bij 260° gedurende 2 u. Desactiveren vervolgens door toevoeging van 10,5 ml water per 100 g florisil. Herhaaldelijk het hermetisch gesloten recipient schudden en overnacht laten staan tot evenwichtsinstelling.

6. Natriumsulfaat, watervrij p.a.

7. Vers gedestilleerde n-hexaan, watervrij (kookp. 68°–70°).

8. Chloroform p.a.

9. N, O-bis (trimethylsilyl) acetamide – afg.: B.S.A.

10 Koolstofsulfide p.a.

11. Alfa tocoferol – min. 99% zuiverheid – moet voor meer dan 99% uit één enkele piek bestaan bij G.L.C.-analyse.

12. Dotriacontaan – moet voor meer dan 99% uit één enkele piek bestaan bij G.L.C.-analyse.

2.3. *Apparatuur en glaswerk*

1. Gaschromatograaf met regelbare temperatuur voor injectiepoort, oven en F.I.-detector.

2. Glazen kolom van ca. 2 m lengte en 1/4" buiten diameter gevuld met ca. 1% OV_1 op gaschrom Q (100–120 mesh). De glazen kolom vooraf silyleren, zorgvuldig vullen met stationaire fase en de opstelling uitvoeren voor de „on-column injection".

3. Injectiespuit van 10 microliters (μl).

4. Rotavapor voor droogdampen onder stikstof en verminderde druk.

5. Glazen kolommen van 2,5 cm Ø voorzien van Teflon kraan.

6. Scheitrechters van 250 en 500 ml voorzien van Teflon kraan.

7. Kolfjes van 100 ml voorzien van terugvloeikoeler.

8. Klassiek glaswerk.

2.4. *Werkwijze*

2.4.1. *Verzeping van de olie en extractie van het onverzeepbare*

1. Weeg 5 g olie in een kolfje van 100 ml en voeg 20 ml pyrogallol opl. toe.

2. Verwarm op waterbad onder terugvloeikoeler en voeg bij kooktemperatuur 30 ml alk. KOH opl. toe. Verzeep gedurende 20 min.

3. Breng de nog warme opl. in een scheitrechter van 250 ml m.b.v. 100 ml water.

4. Extraheer het onverzeepbare met 100 ml diëthylether. Bij slechte scheiding voeg 1 à 2 ml ethanol toe. Na volledige opklaring, de etherlaag in een tweede scheitrechter van 500 ml gieten, waarin reeds 40 ml water werd gebracht.

5. Extraheer nog 2 x de zeepoplossing met 100 ml diëthylether en voeg de extracten samen.

6. Meng voorzichtig de extracten met het water en vermijd de vorming van emulsies.

7. Was verder telkens met 40 ml water tot neutrale reactie t.o.v. fenolftaleïne.

8. Breng de ether-oplossing in een kolf en destilleer het grootste gedeelte van de ether onder verminderde druk en in stikstofatmosfeer.

9. Droog het residu door filtratie op een kleine kolom met watervrij natriumsulfaat. Na wassen met ether wordt verder droog gedampt.

2.4.2. *Fractionnering van het onverzeepbare op florisilkolom*

1. Vul een kolom met hexaan en giet door een trechter 30 g gedesactiveerd florisil in het hexaan.
Breng, na decantatie, een paar cm natriumsulfaat aan de oppervlakte.

2. Laat het overtollige hexaan druppelsgewijze doorvloeien en breng het onverzeepbare, na oplossen in een paar ml chloroform, aan de oppervlakte van de kolom. Laat de chloroform in de kolom sijpelen en spoel na.

3. Elueer achtereenvolgens met:
40 ml hexaan
120 ml oplossing van 5% (v/v) diëthylether in hexaan
120 ml oplossing van 15% (v/v) diëthylether in hexaan.
Laat elke oplossing, achtereenvolgens druppelsgewijze, door de kolom sijpelen en recupereer de eluaten in één enkel recipient.

4. Destilleer het overgroot gedeelte van het oplosmiddel onder verminderde druk en onder stikstofatmosfeer.

5. Voeg een juist afgemeten volume toe van een oplossing van dotriacontaan in diëthylether, zodat een gekende hoeveelheid inwendige standaard (ong. 20 mg) aan de tocoferolfractie wordt toegevoegd.

6. Homogeniseer de inhoud van de kolf door enkele omzwenkingen en giet over in een klein kolfje een hoeveelheid die ongeveer 20 mg droge stof bevat.

7. Verjaag het solvent met een matige stikstofstroom die op de oppervlakte van de vloeistof blaast en dit bij lichte verwarming van het kolfje.

8. Voeg aan de droogrest 1 ml B.S.A. toe en plaats het met een glazen stop gesloten kolfje gedurende 2 u in de droogstoof bij 70°.

9. Verjaag met een matige stikstofstroom, zoals onder 2.4.2.7, het overschot van B.S.A.

10. Los de verdamprest op in 1 ml koolstofsulfide en plaats het gesloten kolfje in de koelkast in afwachting van de G.L.C.-analyse.

2.4.3. *G.L.C.-analyse van de tocoferolfractie*

1. Stel de gaschromatograaf in bij volgende temperaturen en regel de gasdebieten als volgt:
temp. oven: 240°
temp. injector: 260°
temp. detector: 260°
stikstof (dragergas): ca. 30 ml/min.
waterstof: ca. 30 ml/min.

2. Weeg nauwkeurig in vier verschillende kolfjes een mengsel af van

alfa tocoferol en dotriacontaan zodat ongeveer volgende ponderale verhoudingen dotriacontaan/tocoferol worden verwezenlijkt: 3, 2, 1 en 0,5.

Bij het gebruik van een microbalans wordt telkens ca. 10 mg alfa tocoferol afgewogen en het gewicht dotriacontaan aangepast.

3. Silyleer de mengsels zoals onder 2.4.2.8.

4. Verjaag het overschot van reactief zoals onder 2.4.2.9.

5. Los de verdampresten op zoals onder 2.4.2.10.

6. Injecteer 1 microliter (μl) van deze oplossingen en regel de gevoeligheid van de elektrometer en de papiersnelheid van de recorder zodat de integratie van de pieken in optimale voorwaarden mogelijk wordt. Bereken de verhouding der pieken.

7. Herhaal, ten minste voor één oplossing, de injecties een voldoende aantal keren om de berekening van de standaard afwijking mogelijk te maken. Indien $\frac{S \times 100}{\bar{x}}$ 2% niet overschrijdt mag de reproduceerbaarheid als bevredigend worden beschouwd.

8. Zet de verkregen waarden van de verhoudingen der oppervlakten uit tegen de ponderale verhoudingen voor de verschillende standaard oplossingen. Trek de ijklijn die normaliter een rechte moet benaderen.

9. Voer de injecties uit met de onbekende extracten uit de olie. De relatieve retentietijden t.o.v. dotriacontaan zijn ongev. als volgt:
voor alfa tocoferol: 0,82
voor bêta en gamma tocoferol: 0,67
voor delta tocoferol: 0,55

10. Indien twijfel bestaat nopens mogelijke interferentie van de inwendige standaard met pieken uit het onverzeepbare, kan steeds de injectie worden uitgevoerd van het gesilyleerde extract zonder toevoeging van de I.S.

11. Indien twijfel bestaat nopens de interferentie van bepaalde tocoferolpieken met andere componenten uit het onverzeepbare, kan de injectie ook plaatsvinden vóór silylering hetgeen tot andere retentietijden voert.

2.4.4. *Berekening*

1. Bereken de verhouding der oppervlakten van de inwendige standaard t.o.v. de tocoferolpieken uit de te onderzoeken olie.

2. Lees uit de verhouding der oppervlakten de ponderale verhouding af op de ijklijn.

3. Bereken als volgt het totaalgehalte aan tocoferolen

$$\% \text{ tocoferolen} = \frac{\text{ingewogen dotriacontaan}}{\text{ponderale verhouding}} \times \frac{100}{\text{ingewogen olie}}$$

Opmerking:

Men kan aannemen dat het specifiek antwoord van de verschillende tocoferolen gelijkaardig is als dit van alfa tocoferol en dat de ijklijn, met deze stof getrokken, ook van toepassing is voor de andere pieken.

3. *Butylhydroxyanisol (BHA, kwantitatief)*

3.1. *Reagentia en apparatuur*

Indien niet uitdrukkelijk anders vermeld dienen alle reagentia van een zo zuiver mogelijke kwaliteit te zijn.

- Natriumsulfaat, watervrij.
- Olijfolie; vrij van antioxydanten (Oleum Olivae, Ned.Ph.Ed.VI).
- 3-BHA (*); 3-tert.butyl-4-hydroxyanisol.
- Florisil, 60–100 mesh. vochtgehalte, bepaald door middel van Karl Fischer titratie ongeveer 3% (m/m).
- Petroleumether-aceton mengsel. Meng 100 ml aceton en 900 ml petroleumether (40-60°C).
- Zoutzuur, 3 n.
- Natriumnitrietoplossing 2% (m/v). Bereid de oplossing elke week vers.
- Natriumhydroxyde oplossing. Los 40 gram natriumhydroxyde op in 500 ml gedistilleerd water en voeg 50 ml methanol toe. Meng, breng het volume met water op één liter en meng opnieuw.
- Chromatografie kolom; lang 400 mm, inwendige diameter 20 mm. Breng onder in de kolom een laagje gesilaniseerde glaswol aan en vul de kolom vervolgens met zoveel Florisil dat een Florisil-kolom van 4 cm lang is ontstaan. Dek de Florisil-kolom af met een laag van 1 à 1½ cm watervrij natriumsulfaat.
- Spectrofotometer, geschikt voor het meten bij 480 nm.

3.2. *Werkwijze*

1. Breng 10 gram (a gram) tot op 1 mg nauwkeurig gewogen monster

(*) Het in de handel verkrijgbare BHA is een mengsel van 2- en 3-tert.butyl-4-hydroxyanisol. Het verschil in absorptie maximum en molaire absorptie tussen de nitrosoderivaten van beide isomeren is verwaarloosbaar klein.

kwantitatief over in een 150 ml scheitrechter en voeg 50 ml petroleumether-aceton mengsel toe.

2. Pipetteer achtereenvolgens 5 ml natriumnitrietoplossing en 5 ml zoutzuur 3 n in de scheitrechter, sluit de scheitrechter onmiddellijk met de bijpassende stop en schud krachtig gedurende 30 sec.

3. Laat na het scheiden der fasen de waterige fase af en extraheer de organische fase tweemaal met achtereenvolgens 20 en 5 ml natriumhydroxyde-oplossing door telkens gedurende 30 sec. krachtig te schudden. Verzamel de alkalische extracten in een 150 ml scheitrechter waarin zich 15 ml zoutzuur 3 n bevindt.

4. Extraheer de waterige oplossing (3.2.3) met 25 ml petroleumetheraceton mengsel, laat de waterige fase af in een 150 ml scheitrechter en breng de organische fase op de Florisil-kolom.

5. Extraheer de waterige fase (3.2.4) nogmaals met 25 ml petroleumether-aceton mengsel en breng ook deze organische fase op de Florisil-kolom zodra het eerste extract (3.2.4) de bovenkant van de kolomvulling praktisch heeft bereikt.

6. Verzamel het eluaat van de Florisil-kolom (3.2.4 en 3.2.5) in een 150 ml scheitrechter. Spoel de onder 3.2.4 en 3.2.5 gebruikte scheitrechters met 25 ml petroleumether-aceton mengsel en breng de spoelvloeistof zodra het tweede extract (3.2.5) de bovenrand van de kolomvulling heeft bereikt eveneens op de Florisil-kolom en elueer. Vang ook dit eluaat op in de 150 ml scheitrechter.

7. Pipetteer 40 ml natriumhydroxyde-oplossing in de scheitrechter (3.2.6), schud krachtig gedurende 30 sec. en breng na het scheiden der fasen een deel van de alkalische fase over in een 1 cm cuvet.

8. Meet de extinctie van de oplossing bij 480 nm tegen natriumhydroxyde-oplossing als referentie en lees de bijbehorende hoeveelheid butylhydroxyanisol in μg per ml meetoplossing (b) af op de ijklijn (3.3.3).

3.3. *Ijklijn*

1. Bereid een oplossing van butylhydroxyanisol in petroleumether-aceton mengsel die 100 μg per ml bevat.

2. Breng in een vijftal 150 ml scheitrechters 10 gram olijfolie en pipetteer in elk der scheitrechters respectievelijk 0, 1, 2, 5 en 10 ml standaardoplossing (3.3.1). Voeg aan iedere scheitrechter in dezelfde volgorde als voorheen toe 50, 49, 48, 45 en 40 ml petroleumether-aceton mengsel en meng.

3. Behandel de oplossingen zoals aangegeven onder 3.2.2 tot en met 3.2.8, neem in plaats van de voorgeschreven 40 ml natriumhydroxyde-oplossing (3.2.7) slechts 20 ml en zet de extincties gemeten voor de

standaardoplossingen grafisch uit als functie van de butylhydroxyanisol concentratie in μg per ml meetoplossing. Trek de best passende lijn door de meetpunten.

3.4. *Berekening*

1. Bereken het butylhydroxyanisol gehalte van het monster in % (m/m) met behulp van de formule

$$\frac{b}{a} \times 250$$

waarin:
a = de inweeg van het monster in grammen (3.2.1);
b = de hoeveelheid butylhydroxyanisol in μg per ml meetoplossing afgelezen op de ijklijn (3.2.8).

4. *BHT*

De bepaling van BHT zal in een latere beschikking worden geregeld.

II. Kleurstoffen

Zie Beschikking M(76)11 inzake de toepassing van een Benelux-referentiemethode voor het opsporen en het identificeren van in levensmiddelen aanwezige in vet oplosbare synthetische kleurstoffen.

III. Anti-schuimmiddel

De bepaling van dimethylpolysiloxaan volgt.

IV. Zuurgetal en vrije vetzuren

Zuurgetal

Onder het zuurgetal wordt verstaan het aantal milligrammen kaliumhydroxide, nodig om de vrije vetzuren aanwezig in 1 gram olie of vet te neutraliseren.

Reagentia:

– Mengsel van ethanol en ether.
Meng gelijke volumina ethanol 96% v/v en diëthylether.
Neutraliseer dit mengsel onmiddellijk voor het gebruik met behulp van 0,1 n kaliumhydroxide in ethanol na toevoeging van 0,3 ml indicatoroplossing per 100 ml van het mengsel.

– 0,1 n kaliumhydroxide in ethanol 96% v/v.
Stel de titer van deze oplossing vlak voor het gebruik.

De oplossing dient ten minste 5 dagen tevoren te zijn bereid en gedecanteerd in een donkere fles met rubber stop.
De oplossing moet kleurloos of strogeel zijn.
Het verdient aanbeveling de voor het bereiden van de oplossing gebruikte ethanol te zuiveren door 1 liter ethanol met 5 à 10 gram kaliumhydroxide gedurende een uur zacht te laten koken en vervolgens af te destilleren.

– 0,5 n kaliumhydroxide in ethanol 96% v/v.
Zie opmerking gemaakt bij de 0,1 n kaliumhydroxide oplossing.

– Indicator-oplossing: los 1 gram fenolftaleïne op in 100 ml ethanol 96% v/v.
Voor donkere oliën: los 2 gram alkaliblauw 6B op in 100 ml ethanol 96% v/v.

Werkwijze:

1. Weeg in een konische kolf van 250 ml af 5 à 10 gram van het te onderzoeken monster. Weeg tot op 0,01 gram nauwkeurig.

2. Los het monster op in ongeveer 150 ml van het geneutraliseerde mengsel van ethanol en ether.
Indien de verkregen oplossing niet volkomen helder is, wordt zoveel extra van het mengsel van ethanol en ether toegevoegd tot een heldere oplossing is verkregen.

3. Titreer de verkregen oplossing al schuddend met de 0,1 n oplossing van kaliumhydroxide in ethanol uit een buret met een schaalverdeling in 0,1 ml tot de kleuromslag van de indicator. De rose kleur van het fenolftaleïne moet gedurende tenminste 10 seconden zichtbaar blijven.

4. Indien de gebruikte hoeveelheid 0,1 n kaliumhydroxide groter is dan 20 ml, wordt de bepaling herhaald onder gebruikmaking van de 0,5 n oplossing van kaliumhydroxide in ethanol.

Berekening

Het zuurgetal is: $\frac{V \times 56,1}{M}$

waarbij:
V = het volume in ml n oplossing van kaliumhydroxide in ethanol, verbruikt bij de titratie,
M = de massa in grammen van het ingewogen monster.

Opmerkingen:

Indien de oplossing tijdens de titratie troebel wordt, voegt men een extra hoeveelheid van het mengsel van ethanol en ether toe.

Indien het bij donker gekleurde oliën niet mogelijk is de kleuromslag van het fenolftaleïne duidelijk waar te nemen, kan men alkaliblauw 6B als indicator gebruiken. Ook in dit geval dient na de kleuromslag van blauw naar rood verkregen kleur ten minste 10 sec. te blijven bestaan.

Bij oliën en vetten, die laurinezuur bevatten dient de temperatuur van het ethanol-ether mengsel tijdens de titratie tussen 15° en 20°C te zijn.

Vrije vetzuren, uitgedrukt als oliezuur

De bepaling wordt uitgevoerd als hiervoor beschreven.

Het gehalte aan vrije vetzuren, uitgedrukt als oliezuur wordt als volgt berekend:

$$\frac{28{,}2 \times V}{M} \quad \%$$

waarbij V en M dezelfde betekenis hebben als bij de berekening van het zuurgetal.

V. Vluchtige stoffen

Onder vluchtige stoffen worden verstaan, water en andere bestanddelen, die worden bepaald door massaverlies, bij verwarming bij 103°C.

1.1. *Apparatuur:*

– Schaal met platte bodem, 8 à 9 cm diameter, ongeveer 3 cm diep (Petri-schaal).

– Thermometer gegradueerd van 80 tot 110°C, ongeveer 10 cm lang, voorzien van een expansieruimte boven het kwikreservoir.

– Zandbak of warmplaat.

1.2. *Werkwijze:*

1. Bepaal het gewicht van een vooraf gedroogde schaal met platte bodem, waarin zich een korte thermometer bevindt.

2. Breng ca. 20 gram van het monster in de schaal en weeg tot op 0,01 gram nauwkeurig.

3. Verwarm de schaal met de inhoud op een zandbad of op een verwarmingsplaat, waarbij de temperatuur met ongeveer 10°C per minuut verhoogd wordt tot een temperatuur van 90°C is bereikt. Roer hierbij voortdurend met de thermometer.

4. Verhoog, onder voortdurend roeren, de temperatuur langzaam tot 103 ± 2°C, let er hierbij op dat géén monstermateriaal door spatten verloren gaat. Overschrijd daarbij de 105°C niet. Blijf roeren door de thermometer over de bodem van de schaal te bewegen tot geen dampbelletjes meer naar boven komen.

5. Om er zeker van te zijn, dat al het water is verwijderd dient het verwarmingsproces tot 103 ± 2°C enige malen te worden herhaald, waarbij men tussentijds steeds tot 95°C laat afkoelen.

6. Laat vervolgens afkoelen in een exsiccator tot kamertemperatuur en weeg.

7. Herhaal de boven beschreven bewerking totdat het verschil tussen de resultaten van twee opeenvolgende wegingen niet meer bedraagt dan 0,002 gram.

1.3. *Berekening:*

Het gehalte aan bij 105°C vluchtige stoffen bedraagt:

$$(M_1 - M_2) \times \frac{100}{M_o} \quad \%$$

waarbij:

M_0 = de massa in grammen van het ingewogen monster.

M_1 = de massa in grammen van schaal en inhoud vóór de verwarming.

M_2 = de massa in grammen van schaal en inhoud na de verwarming tot constante massa.

Opmerking:

Een vermeerdering van de massa van het monster na herhaald verwarmen wijst op auto-oxydatie van de olie of het vet. In dat geval wordt het resultaat van de weging gebruikt, direct voordat de massa ging toenemen.

VI. Identificatie van olijfolie verkregen uit eerste persing

1. *Specifieke extinctiecoëfficiënt bij 270 nm (K_{270})*

De specifieke extinctiecoëfficiënt van olijfolie bij 270 nm (K_{270}) is de extinctie van een oplossing van 1 gram olie in 100 ml 2.2.4.-trimethylpentaan gemeten bij 270 nm in een 1 cm cuvet

$$E_{1\,cm}^{1\%} \ (270\ nm)\ .$$

1.1. *Apparatuur en reagentia*

- Spectrofotometer.
- Kwartscuvetten, optische weglengte 10 mm.

– 2.2.4.-trimethylpentaan (iso-octaan) analytisch zuiver.

De transmissie in procenten moet ten minste 98% bedragen gemeten bij 270 nm ten opzichte van water als referentie.

– Maatkolven van 100 ml.

– Analytische balans.

1.2. *Werkwijze*

1. Weeg 1 gram olie tot op 1 mg nauwkeurig af en breng dit met iso-octaan kwantitatief over in een maatkolf van 100 ml.

2. Vul met iso-octaan tot de merkstreep aan en meng.

3. Breng een deel van de meetoplossing (1.2) over in een kwartscuvet met een optische weglengte van 1 cm en meet de absorptie van de meetoplossing bij 270 nm tegen iso-octaan als referentie (K_{270}).

2. *Specifieke extinctiecoëfficiënt van olijfolie bij 270 nm na behandeling met gedesactiveerd aluminiumoxyde*

De definitie van de specifieke extinctiecoëfficiënt evenals de meting hiervan zijn identiek aan die beschreven onder 1. Vóór de meting wordt de olijfolie echter behandeld met basisch aluminiumoxyde.

2.1. *Behandeling met gedesactiveerd aluminiumoxyde*

1. Verhit basisch aluminiumoxyde voorzien van de kwaliteitsaanduiding voor chromatografie en met een korrelgrootte tussen 30 en 130 μm (gemiddelde korrelgrootte 80 μm) in een porseleinen schaal gedurende 3 uur bij 380 tot 400°C. Stel de activiteit van het aluminiumoxyde zoals voor het onderzoek vereist, in door aan 100 gram 5 ml water toe te voegen en meerdere malen goed te mengen. Bewaar het mengsel gedurende één nacht in een hermetisch gesloten vat; het aluminiumoxyde is nu voor gebruik gereed.

2. Controleer de activiteit van het onder 2.1.1 verkregen aluminiumoxyde als volgt.
Breng 30 gram aluminiumoxyde verkregen onder 2.1.1 in een chromatografiekolom met een inwendige doorsnede van 35 mm, lang 450 mm en voorzien van een afvoerbuis met een inwendige doorsnede van ongeveer 10 mm. Tik voorzichtig met de onderkant van de kolom zo lang tegen een houten oppervlak tot de kolomvulling niet verder inzakt. Maak een mengsel van 95% olijfolie van eerste persing (maagdelijke olijfolie) met een specifieke extinctiecoëfficiënt van kleiner dan 0,18 en 5% arachide-olie behandeld met bleekaarde en waarvan de specifieke extinctiecoëfficiënt ten minste 4 bedraagt (1). Los 10 gram van dit mengsel op in 100 ml n-hexaan en elueer over de kolom. Vang het eluaat

op in een passende kolf en verdamp het oplosmiddel onder vacuum bij een temperatuur niet hoger dan 25°C. Bepaal op de wijze aangegeven onder 1 de specifieke extinctiecoëfficiënt van het residu. Deze moet ten minste 0,11 bedragen. Indien niet hieraan is voldaan – de geconjugeerde triënen zijn niet geëlueerd – moet een meer gedesactiveerd aluminiumoxyde worden bereid (meer water toevoegen onder 2.1.1) en opnieuw op de hierboven beschreven wijze de activiteit worden gecontroleerd.

3. Breng 30 gram van het onder 2.1.1 verkregen gedesactiveerde basisch aluminiumoxyde in een kolom zoals beschreven onder 2.1.2 en vul deze op de eveneens daar aangegeven wijze. Maak een oplossing van 10 gram van de te onderzoeken olie in 100 ml n-hexaan en elueer deze over de kolom. Damp het oplosmiddel af als aangegeven onder 2.1.2 en bepaal de specifieke extinctiecoëfficiënt van het residu bij 270 nm als aangegeven onder 1.2.

3. *Bepaling van de variatie van de specifieke extinctiecoëfficiënt ($\triangle K$)*

De variatie van de specifieke extinctiecoëfficiënt $\triangle K$ wordt als volgt gedefinieerd:

$$\Delta K = K_m - 0{,}5\ (K_{m-4} + K_{m+4})$$

waarin:
Km = de specifieke extinctiecoëfficiënt gemeten bij het maximum van absorptie bij ongeveer 270 nm.

K_{m+4} en K_{m-4} = de specifieke extinctiecoëfficiënten gemeten bij golflengten die ten opzichte van de golflengte van het absorptiemaximum 4 nm naar boven en beneden zijn verschoven.

Opmerking:

Indien het spectrum geen maximum vertoont in de buurt van 270 nm worden de extinctiecoëfficiënten gemeten bij 270, 266 en 274 nm.

3.1. *Werkwijze*

1. Meet het UV-spectrum van de onder 1.2.1 verkregen oplossing en bepaal de specifieke extinctiecoëfficiënten K_m, K_{m+4} en K_{m-4}

2. Indien de absorptiekurve geen maximum vertoont moet worden gehandeld als hiervoren aangegeven onder opmerking.

VII. Aantonen van residu-olie in olijfolie

1. *Bellier-reactie*

1.1. *Apparatuur en reagentia*

- Maatkolven van 100 en 500 ml.
- Terugvloeikoeler.
- Maatpipet van 5 ml met schaalverdeling in 0,1 ml.
- Thermometer met een schaal van 15 tot 60°C.
- Kaliumhydroxyde-oplossing. Los 42,5 gram kaliumhydroxyde op in 72 ml gedestilleerd water, vul in een 500 ml maatkolf tot de maatstreep aan met ethanol 96% (v/v) en meng.
- Ethanol 70% (v/v).
- Azijnzuuroplossing. Meng 1 volumedeel azijnzuur met 2 volumedelen water. Titreer 1,5 ml van de oplossing met de hierboven genoemde kaliumhydroxyde-oplossing; indicator fenolftaleïne. Het verbruik aan kaliumhydroxyde-oplossing moet precies 5 ml bedragen. Is dit niet het geval dan moet de azijnzuuroplossing met azijnzuur of water op deze waarde worden ingesteld.

1.2. *Voorbereiding van het monster*

Verwarm, indien nodig, de olie voorzichtig tot alle vastgeworden bestanddelen vloeibaar zijn en filtreer door een vouwfilter ter verwijdering van aanwezig water.

1.3. *Werkwijze*

1. Pipetteer 1 ml monster in een 100 ml kolf en voeg 5 ml kaliumhydroxyde-oplossing toe.

2. Plaats een terugvloeikoeler op de kolf en kook de inhoud gedurende 10 minuten onder terugvloeiing. Meng de inhoud af en toe door schudden.

3. Koel af tot kamertemperatuur en voeg 1,5 ml azijnzuuroplossing evenals 50 ml van de tot 50°C verwarmde ethanol 70% (v/v) toe.

4. Meng zorgvuldig, plaats de thermometer in de oplossing en laat afkoelen. Bekijk de oplossing zodra deze de temperatuur van 45°C heeft bereikt. Indien zich gedurende de afkoeling van de oplossing over het temperatuurtraject van 45 tot 40°C een vlokkig neerslag vormt is de reactie op residu-olie positief.

Opmerking:

Wanneer een niet-vlokkig neerslag ontstaat moet de oplossing (1.3.4) gedurende ten minste 24 uur en zo nodig gedurende 48 uur bewaard bij 20 tot 22°C. Ontstaat alsnog een vlokkig neerslag dan is de reactie eveneens positief.

VIII. Onderzoek van olijfolie op aanwezigheid van andere oliën analyse van de sterolfractie van vetten en oliën

1. *Beginsel*

Gaschromatografische analyse van de sterolen, welke door middel van dunnelaagchromatografie uit de onverzeepbare rest werden afgescheiden, die voorzichtig werd gedroogd.

2. *Toestellen*

1. Apparatuur voor dunnelaagchromatografie, met name bestaande uit vier glasplaten van 20 x 20 x 0,4 cm en 2 van 20 x 5 x 0,4 cm en een microspuit van 0,1 ml:

2. Bekerglas van 50 ml.

3. Filterkroezen met poreusheid 3, doorsnede 15 mm.

4. Kolf van 100 ml.

5. Centrifugenbuisje van 10 ml met conische bodem en ingeslepen stop.

6. Pipetten van 1 ml met schaalverdeling.

7. Gaschromatograaf voorzien van een vlamionisatiedetector, met zilveren of glazen injectiesysteem of systeem voor directe injectie op de kolom en registreerapparatuur (recorder).

8. Kolom voor gaschromatografie van glas of roestvrij staal, U- of spiraalvormig met een lengte van 1 tot 2 meter en een binnendiameter van 3 tot 4 mm – stationaire fase van siliconrubber (methyltype[1]), stabiel tot ten minste 300°C, 2 tot 4% op gecalcineerde met zuur gewassen en gesilaniseerde diatomeeënaarde met korrelgrootte 80/100 of 100/120 mesh.

Opmerking:

Aangezien sommige soorten roestvrij staal foutieve resultaten kunnen veroorzaken door ontleding van de sterolen, wordt aanbevolen gebruik te maken van glas.

---

(1) Bij voorbeeld SE 30.

9. Microspuit waarmee hoeveelheden tot 5 of 10 μl kunnen worden geïnjecteerd.

3. *Reagentia*

1. Chloroform voor chromatografie.

2. Benzeen voor chromatografie.

3. Heptaan.

4. Silicagel (bij voorbeeld Kieselgel G).

5. Vergelijkingsoplossing voor dunnelaagchromatografie bestaande uit een oplossing van 5% cholesterol in chloroform.

6. Aceton voor chromatografie.

7. Natriumzout van 2'7'-dichloorfluoresceïne, 0,1% oplossing in absolute ethanol.

8. Pyridine.

9. Hexamethyldisilazaan.

10. Trimethylchloorsilaan.

11. Oplossing voor de gevoeligheidstest: 1 mg cholesterol in ml n-pentaan.

12. Oplossing voor de bepaling van het scheidend vermogen: 0,9 mg fytosterolen van raapolie en 0,1 mg cholesterol in ml n-pentaan. De sterolen moeten vers bereid zijn zoals beschreven in punt B van de werkwijze.

13. Oplossing voor de referentieproef: 1 mg fytosterolen van zonnebloemolie in 1 ml n-pentaan, vers bereid zoals omschreven in punt B van de werkwijze.

4. *Bereiding van de platen voor dunnelaagchromatografie*

Plaats in het uitstrijkapparaat achtereenvolgens een plaat van 20 x 5 x 0,4 cm, vier platen van 20 x 20 x 0,4 cm en een plaat van 20 x 5 x 0,4 cm.

Breng in een kolf van 500 ml met wijde hals 40 g silicagel en ongeveer 80 ml water. Roer met een glazen staaf, eventueel met een mechanische roerder, tot een homogene suspensie is verkregen. Verwijder eventuele ingesloten gassen door gedurende ten minste 1 minuut de kolf onder vacuüm te brengen met behulp van een waterstraalluchtpomp. Breng daarna de suspensie over in het uitstrijkapparaat, stel de dikte in op 0,5 mm en bedek de platen gelijkmatig. Droog de platen gedurende ongeveer 15 minuten aan de lucht en vervolgens 2 uur in een droogstoof bij een temperatuur van 105°C. Bewaar de aldus bereide platen in een excicator onder vacuüm.

5. *Werkwijze*

5.1. *Bereiding van de onverzeepbare rest*

Inleiding

Onder de onverzeepbare rest worden verstaan de stoffen, die oplosbaar zijn in vetten en die na verzeping onoplosbaar zijn in water maar oplosbaar zijn in het oplosmiddel dat voor de bepaling wordt toegepast. Deze rest omvat de natuurlijke bestanddelen van de vetstoffen (zoals sterolen, alcoholen, koolwaterstoffen) alsmede de organische niet bij 100°C vluchtige bestanddelen (zoals minerale oliën) die niet tot de vetten waarin zij eventueel kunnen voorkomen, behoren. Als oplosmiddel wordt gebruik gemaakt van petroleumether of van ethylether. Er moet rekening worden gehouden met het feit dat de resultaten die met beide oplosmiddelen worden verkregen in de meeste gevallen sterk uiteenlopen en dat met ethylether hogere gehalten worden gevonden dan met het andere oplosmiddel. Wat de olijfolie betreft wordt rekening houdende met de temperatuursomstandigheden in de meeste analyselaboratoria petroleumether als het beste oplosmiddel beschouwd.

5.2. *Methode met petroleumether*

Toestellen

- Kolf van ongeveer 150 ml voorzien van een terugvloeikoeler.
- Scheitrechters van ongeveer 500 ml.
- Droogstoof afgesteld op 103°C (± 2°C).

Reagentia

- Kaliumhydroxyde, ca. 2 n oplossing in ethanol 95% v/v. Het reagens mag niet sterker gekleurd zijn dan strogeel.
- Petroleumether; kookpunt 40–60°C, broomgetal < 1, vrij van residuen.

Werkwijze

Weeg tot op 0,01 g nauwkeurig ongeveer 5 g vetmonster af in de kolf. Voeg 50 ml van de ethanolische KOH-oplossing toe. Breng de terugvloeikoeler aan. Laat gedurende een uur zacht koken. Schakel de verwarming uit. Voeg via de koeler ongeveer 50 ml gedistilleerd water toe en schud.

Giet na afkoeling over in een scheitrechter en spoel de kolf enige malen met in totaal ongeveer 50 ml petroleumether.

Schud krachtig gedurende 1 minuut.

Laat vervolgens rusten tot volledige scheiding van de twee fasen is verkregen. Breng de zeepoplossing over in een tweede scheitrechter. Indien hierbij in uitzonderingsgevallen een emulsie optreedt, moet deze worden gebroken door toevoeging van kleine hoeveelheden ethanol of van een geconcentreerde oplossing van kaliumhydroxyde.

Extraheer de zeepoplossing nog 2 maal met telkens ongeveer 50 ml petroleumether.

Breng de 3 petroleumetheroplossingen over in een zelfde scheitrechter en was 3 maal met slechts ongeveer 50 ml 50%-ige ethanol.

Giet via de hals van de kolf – zo nodig in enige keren – de petroleumetheroplossing kwantitatief over in een maatkolf van 250 ml, waarbij de kolf met kleine hoeveelheden petroleumether wordt nagespoeld.

Verwijder onder voorzichtig verwarmen en onder vacuüm het oplosmiddel. Droog het residu onder vacuüm bij een temperatuur niet hoger dan 50°C ten einde ongewenste oxydatie te voorkomen.

5.3. *Scheiding van de sterolfractie met behulp van dunnelaagchromatografie*

Breng in de ontwikkeltank een mengsel van n-heptaan/aceton – 85/15 (v/v°) of van benzeen/aceton 95/5 (v/v) tot een hoogte van ongeveer 1 cm; dek met de dekplaat af en laat ten minste gedurende drie uren staan ter verkrijging van het gewenste vloeistof/damp evenwicht. Het verdient daarbij aanbeveling aan de binnenkant van de tank stroken filtreerpapier aan te brengen, die in de elutievloeistof hangen. Hierdoor wordt de looptijd van het front van het loopmiddel met ongeveer een derde verkort en verloopt de elutie van de componenten gelijkmatiger.

Bereid intussen een 5%-oplossing van de met petroleumether geëxtraheerde onverzeepbare rest in chloroform. Breng ongeveer 0,3 ml van deze oplossing met behulp van de microspuit van 0,1 ml zodanig in een ononderbroken en gelijkmatige band op de plaat op ongeveer 1,5 cm van de onderrand op, dat een zo smal mogelijke startlijn wordt verkregen.

Breng volgens de gebruikelijke techniek aan één zijde van de plaat enkele μ l van de vergelijkingsoplossing met cholesterol op ter bepaling van de Rf-waarde van de sterolen.

Plaats de plaat in de als hierboven aangegeven klaargemaakte ontwikkeltank. De temperatuur van de omgeving moet ongeveer 20°C bedragen. Dek met de dekplaat af en ontwikkel tot het front van de loopvloeistof zich op ongeveer 1 cm van de bovenrand van de plaat bevindt. Neem de plaat uit de ontwikkeltank en laat het loopmiddel verdampen onder zachte verwarming in een stikstofstroom.

Maak de vlekken zichtbaar door de plaat vervolgens voorzichtig en gelijkmatig met de alcoholische oplossing van het natriumzout van

2'7'-dichloorfluoresceïne te besproeien. Bekijk de plaat in ultraviolet licht en bepaal de plaats van de sterolen als aangegeven door de cholesterolvlek afkomstig van de vergelijkingsoplossing. Krab de sterolband met een metalen spatel af. Breng de afgekrabde silicagel met behulp van 15 ml warme chloroform over in een bekerglas van 50 ml, roer, breng het silicagel volledig over in de filterkroes en filtreer.

Was vervolgens het filter driemaal met porties van telkens 15 ml warme chloroform en vang alle filtraten op in een kolf van 100 ml.

Damp de chloroformoplossing in tot 4 à 5 ml en breng over in het vooraf gewogen centrifugebuisje met ingeslepen stop. Droog door het oplosmiddel onder zacht verwarmen in een stikstofstroom af te dampen; weeg de aldus verkregen sterolfractie.

5.4. *Gaschromatografische bepaling van sterolen*

1. *Bereiding van de trimethylsilylethers* (TMS)

Voor elke mg sterolen dient aan het centrifugebuisje 0,02 ml silaneringsreagens te worden toegevoegd, bestaande uit een mengsel van pyridinehexamethyldisilazaan-trimethylchloorsilaan 9/3/1 (v/v/v), waarbij ieder spoortje vocht dient te worden vermeden. Plaats het buisje ongeveer een half uur in een exsiccator, sluit vervolgens af en centrifugeer gedurende enkele minuten. Gebruik vervolgens de verkregen oplossing voor de bepaling.

2. *Omstandigheden voor de gaschromatografische bepaling*

Temperatuur van de kolom: 220 tot 250°C.

Temperatuur van het injectiesysteem indien afzonderlijk verwarmd: 20 tot 40°C boven de temperatuur van de kolom. Stikstofstroom: 30 tot 60 ml/min. Ontkoppel de detector en conditioneer nieuwe kolommen onder de beschreven omstandigheden gedurende 16 tot 24 uren. Sluit de detector aan, steek de vlam aan, en regel de waterstofstroom en de lucht- of zuurstofstroom zodanig dat een geschikte vlamhoogte en gevoeligheid worden verkregen. Schakel de recorder in en laat het papier met passende snelheid aflopen; stel het nulpunt en de verzwakker in. Als de basislijn stabiel is kan het apparaat worden gebruikt.

3. *Gevoeligheidstest*

Neem 5 ml van de oplossing voor de gevoeligheidstest, damp het oplosmiddel af en werk vervolgens als aangegeven onder 1; injecteer 0,1 tot 0,2 μl van de aldus bereide oplossing (TMS). In het chromatogram mag alleen een cholesterolpiek verschijnen.

Stel de verzwakker zodanig af dat ongeveer de hele schaal van de recorder wordt gebruikt.

4. *Bepaling van het scheidend vermogen*

Neem 5 ml van de oplossing voor de bepaling van het scheidend vermogen.

Damp het oplosmiddel af en werk vervolgens als aangegeven onder 1.

Injecteer 0,1 tot 0,2 μl van de aldus bereide oplossing (TMS).

De cholesterol-, brassicasterol-, campesterol en β-sitosterolpieken moeten in het chromatogram verschijnen. Meet de retentieafstanden (afstand van het injecteerpunt tot het punt dat de maximale hoogte van de piek aangeeft) van de pieken: dCH voor cholesterol, dB voor brassicasterol, dC voor campesterol en dS voor β-sitosterol. Bepaal voorts de lengte van de basis van deze pieken (retentietijden tussen de snijpunten met de basislijn van de raaklijnen aan de buigpunten op de voorste en achterste zijde van de piek) ωCH voor cholesterol, en ωB voor brassicasterol.

Het scheidend vermogen, dat wordt gegeven door de volgende formule:

$$PR = 2\,\frac{(d_B - d_{CH})}{\omega_B + \omega_{CH}}$$

moet ten minste gelijk zijn aan 1.

Bereken de relatieve retentietijden (cholesterol = 1,00) voor brassicasterol, campesterol en β-sitosterol.

5. *Referentieproef*

Neem 5 ml van de oplossing voor de referentieproef, damp het oplosmiddel af en werk vervolgens als aangegeven onder 1. Injecteer 0,1 tot 0,2 μl van de aldus bereide oplossing (TMS). De pieken van campesterol, stigmasterol, β-sitosterol en △7-stigmastenol moeten in het chromatogram verschijnen. Meet de retentieafstanden van de pieken: dc voor campesterol, dST voor stigmasterol, dS voor β-sitosterol en dST-7 voor △ stigmastenol.

Bereken de relatieve retentietijden; deze bedragen ongeveer:

cholesterol:	1,0
brassicasterol:	1,1
campesterol:	1,3
stigmasterol:	1,4
β-sitosterol:	1,6(1)
△7-stigmastenol:	1,8(2)

(1) Indien andere sterolen zoals △5-avenasterol onder deze voorwaarden dezelfde retentietijd als β-sitosterol hebben, worden zij als β-sitosterol aangerekend.

(2) Indien andere sterolen onder deze voorwaarden dezelfde retentietijd als △7-stigmastenol hebben, worden zij als △7-stigmastenol aangerekend.

5.5. *Weergave van de resultaten*

1. Voor een interpretatie van de samenstelling van de onderzochte sterolfractie mogen geen pieken met een andere retentietijd dan die welke experimenteel bepaald is voor de zes hierboven genoemde sterolen, in aanmerking worden genomen.

Het gehalte aan β-sitosterol in % wordt gegeven door de volgende formule:

$$\frac{\text{piekoppervlak voor ß-sitosterol}}{\text{totaal oppervlak van de zes sterolpieken}} \times 100$$

2. Betrokken op de totale sterolsamenstelling in %:

a) mag het gehalte aan β-sitosterol niet lager zijn dan 93%;

b) mag het gehalte aan cholesterol en △-stigmastenol niet hoger zijn dan 0,5% voor elk van deze bestanddelen;

c) mag het gehalte aan campesterol niet hoger zijn dan 4%;

d) moet het gehalte aan stigmasterol lager zijn dan het gehalte aan campesterol.

6. *Analyse*

Injecteer 0,1 tot 0,2 μl van de TMS-oplossing van de te bepalen sterolen en neem het chromatogram.

Op 3 december 1980 heeft het Comité van Ministers de volgende beschikking inzake de te nemen maatregelen met het oog op de fytosanitaire inspectie van ingevoerde planten, plantaardige produkten en grond op een andere plaats dan de plaats van dedouanering vastgesteld:

Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie inzake de te nemen maatregelen met het oog op de fytosanitaire inspectie van ingevoerde planten, plantaardige produkten en grond op een andere plaats dan de plaats van dedouanering
M(80)10

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,

Gelet op artikel 6 van het Unieverdrag,

Gelet op artikel 1 b 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 in verband met de inwerkingtreding van de richtlijn van de Raad van de Europese Gemeenschappen van 21 december 1976, betreffende de beschermende maatregelen tegen het binnenbrengen op het grondgebied van de Lid-Staten van voor planten of voor plantaardige produkten schadelijke organismen, 77/93/EEG, Pb. van de E.G. 1977, nr. L 26, zoals deze is gewijzigd bij de richtlijnen van 18 maart 1980 (80/392/EEG en 80/393/EEG) Pb. van de E.G. 1980 nr. L 100, noodzakelijk is het reglement behorende bij de Aanbeveling M(71)16 inzake de te nemen maatregelen met het oog op de fytosanitaire inspectie van ingevoerde planten op een andere plaats dan de plaats van dedouanering, gewijzigd bij Aanbeveling M(76)36, aan te passen en in verband daarmede door een nieuw reglement te vervangen,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

1. De regeringen van de drie Beneluxlanden treffen de nodige maatregelen teneinde hun wettelijke en administratieve voorschriften op fytosanitair gebied aan te passen aan de in bijgaand reglement vervatte bepalingen inzake de te nemen maatregelen met betrekking tot de fytosanitaire inspectie van ingevoerde planten, plantaardige produkten en grond op een andere plaats dan de plaats van dedouanering.

2. Deze beschikking treedt gelijktijdig met de Richtlijn 77/93/EEG in werking, dat wil zeggen op 1 mei 1980.

3. Binnen zes maanden te rekenen vanaf die datum brengt ieder der drie regeringen verslag uit aan het Comité van Ministers over de maatregelen die zijn getroffen ter uitvoering van de onderhavige beschikking. Bij dit verslag zal de tekst van de nationale uitvoeringsmaatregelen worden gevoegd.

Artikel 2

De Aanbeveling van het Comité van Ministers van 10 maart 1971 inzake de te nemen maatregelen met het oog op de fytosanitaire inspectie van ingevoerde planten op een andere plaats dan de plaats van dedouanering, M(71)16, gewijzigd bij Aanbeveling M(76)36 wordt ingetrokken.

GEDAAN te Brussel, op 3 december 1980.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) C. FLESCH

Bijlage
M(80)10

Reglement inzake te nemen maatregelen met het oog op de fytosanitaire inspectie van ingevoerde planten, plantaardige produkten en grond op een andere plaats dan de plaats van dedouanering

Artikel 1

In dit reglement wordt verstaan onder:

a. Richtlijn: de Richtlijn van de Raad van de Europese Gemeenschappen van 21 december 1976 betreffende de beschermende maatregelen tegen het binnenbrengen op het grondgebied van de Lid-Staten van voor planten of voor plantaardige produkten schadelijke organismen (77/93/EEG) Pb. van de E.G. 1977, nr. L 26 zoals deze is gewijzigd bij de richtlijnen van 18 maart 1980 (80/392/EEG en 80/393/EEG) Pb. van de E.G. 1980, nr. L 100.

b. Lid-Staat: staat, niet zijnde België, Nederland of Luxemburg die deel uitmaakt van de Europese Gemeenschappen.

c. Planten, plantaardige produkten en schadelijke organismen: hetgeen daaronder wordt verstaan in de richtlijn.

d. Invoer: het brengen uit een Lid-Staat of een ander land op het grondgebied van een der Beneluxlanden.

e. Plaats van aflevering: adres waar de planten worden afgeleverd.

f. Dienst: de Dienst voor Plantenbescherming/Service de la Protection des Végétaux (in België), respectievelijk de Plantenziektekundige Dienst (in Nederland) en de „Service de la Protection des Végétaux" (in Luxemburg).

Artikel 2

Dit reglement is, met inachtneming van het bepaalde in artikel 3, slechts van toepassing op planten, plantaardige produkten en grond genoemd in bijlage V van de richtlijn, alsmede op zaaizaden van Castanea Mill, Malus Mill, Medicago sativa L, Pisum sativum L, Prunus L, Quercus L, Rubus L en Solanum lycopersicum L.

Artikel 3

1. Dit reglement is niet van toepassing op:

a. vruchten van appel en peer voor zover ingevoerd tussen 1 oktober en 15 april;

b. kleine hoeveelheden:
- afgesneden bloemen en delen van planten voor sierdoeleinden,
- verse vruchten,

- kamerplanten,
- bloembollen

die door reizigers voor persoonlijk gebruik zijn meegenomen;

c. planten, niet bestemd voor opplant of vermeerdering, die afkomstig zijn van terreinen in het grensgebied van een Lid-Staat en die worden beheerd vanuit nabij gelegen woon- of bedrijfsgebouwen op het grondgebied van het invoerende Beneluxland;

2. Voor planten, bestemd voor opplant of vermeerdering, die afkomstig zijn van terreinen in het grensgebied van een Lid-Staat en die worden beheerd vanuit nabij gelegen woon- of bedrijfsgebouwen op het grondgebied van het invoerende Beneluxland, kan de betrokken Dienst van dat Beneluxland afwijkingen van het bepaalde in artikel 2 in individuele gevallen toestaan, voor zover geen verspreiding van schadelijke organismen behoeft te worden gevreesd, voor zover deze planten het grondgebied van dat Beneluxland niet verlaten.

Artikel 4

1. Een ingevoerde zending planten, plantaardige produkten of grond die niet op de plaats van dedouanering door de Dienst is geïnspecteerd moet tijdens het vervoer van de plaats van dedouanering naar de plaats van aflevering vergezeld zijn van een begeleidingsformulier, dat

a. beschikbaar is gesteld door de Dienst van het land waar de dedouanering geschiedt;

b. gewaarmerkt met een dienststempel en een handtekening van een ambtenaar van het kantoor waar de zending is gededouaneerd, en

c. voldoet aan het bepaalde in het volgende lid.

2. Op het begeleidingsformulier moet door of namens de belanghebbende zijn vermeld de volledige samenstelling en het gewicht van de zending, het aantal en de soort colli, het vervoermiddel, de naam en het adres van de afzender en van degene voor wie de zending bestemd is, alsmede de plaats van aflevering.

3. Het vervoeren van een zending planten, plantaardige produkten of grond, bedoeld in het eerste lid, of een gedeelte daarvan, naar een andere plaats van aflevering dan in het begeleidingsformulier is vermeld, is slechts toegestaan indien hiertoe toestemming is verleend door de Dienst.

Artikel 5

De bevoegde autoriteiten in elk der drie landen nemen de nodige maatregelen welke ertoe strekken dat in hun land afgeleverde zendingen

planten, plantaardige produkten of grond, bedoeld in artikel 4, door de Dienst kunnen worden geïnspecteerd en zo nodig onder toezicht van de Dienst blijven totdat zij vrij zijn bevonden van schadelijke organismen.

Op 3 december 1980 heeft het Comité van Ministers de volgende beschikking inzake de te nemen fytosanitaire maatregelen bij invoer van planten, plantaardige produkten en grond vastgesteld:

Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie inzake de te nemen fytosanitaire maatregelen bij invoer van planten, plantaardige produkten en grond
M(80)11

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,

Gelet op artikel 6 van het Unieverdrag,

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

Overwegende dat de richtlijn van de Raad van de Europese Gemeenschappen van 21 december 1976 betreffende de beschermende maatregelen tegen het binnenbrengen op het grondgebied van de Lid-Staten van voor planten of voor plantaardige produkten schadelijke organismen, 77/93/EEG, Pb. van de E.G. 1977, nr. L 26 zoals deze is gewijzigd bij de richtlijnen van 18 maart 1980 (80/392/EEG en 80/393/EEG) Pb. van de E.G. 1980 nr. L 100, in bepaalde gevallen de mogelijkheid biedt nadere regelen te stellen met betrekking tot de invoer van planten en plantaardige produkten,

Overwegende dat het wenselijk is dat de Beneluxlanden een aantal aanvullende fytosanitaire maatregelen nemen ter wering van voor planten, plantaardige produkten en grond schadelijke organismen,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

1. De regeringen van de drie Beneluxlanden treffen de nodige maatregelen ten einde hun wettelijke en administratieve voorschriften op fytosanitair gebied aan te passen aan de bepalingen van bijgaand reglement.

2. Deze beschikking treedt gelijktijdig met de Richtlijn 77/93/EEG in werking, dat wil zeggen op 1 mei 1980.

3. Binnen zes maanden te rekenen vanaf die datum brengt ieder der drie regeringen verslag uit aan het Comité van Ministers over de maatregelen die zijn getroffen ter uitvoering van onderhavige beschikking. Bij dit verslag zal de tekst van de nationale uitvoeringsmaatregelen worden gevoegd.

Artikel 2

De Aanbeveling van het Comité van Ministers van 9 december 1970 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende de te nemen maatregelen tegen de invoer van voor planten en plantaardige produkten schadelijke organismen, M(70)21, wordt ingetrokken.

GEDAAN te Brussel, op 3 december 1980.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) C. FLESCH

Bijlage

M(80)11

Reglement inzake de te nemen fytosanitaire maatregelen bij invoer van planten, plantaardige produkten en grond

Artikel 1

In dit reglement wordt verstaan onder:

a. Richtlijn: de Richtlijn van de Raad van de Europese Gemeenschappen van 21 december 1976 betreffende de beschermende maatregelen tegen het binnenbrengen op het grondgebied van de Lid-Staten van voor planten of voor plantaardige produkten schadelijke organismen (77/93/EEG), Pb. van de E.G., 1977 nr. L 26, zoals deze is gewijzigd bij de richtlijnen van 18 maart 1980 (80/392/EEG en 80/393/EEG), Pb. van de E.G. 1980 nr. L 100.

b. Lid-Staat: staat, niet zijnde België, Nederland of Luxemburg, die deel uitmaakt van de Europese Gemeenschappen.

c. Planten, plantaardige produkten en schadelijke organismen: hetgeen daaronder wordt verstaan in de richtlijn.

d. Invoer: het brengen uit een Lid-Staat of een ander land op het grondgebied van een der Beneluxlanden.

e. Dienst: de Dienst voor Plantenbescherming/Service de la Protection des Végétaux (in België), respectievelijk de Plantenziektekundige Dienst (in Nederland) en de „Service de la Protection des Végétaux" (in Luxemburg).

Artikel 2

1. Het is verboden de in bijlage II.A van de richtlijn genoemde schadelijke organismen in te voeren, indien deze organismen zich bevinden op planten, plantaardige produkten en grond bedoeld in bijlage V van de richtlijn, dan wel geïsoleerd zijn.

2. Het is verboden andere dan de in bijlage I.A en bijlage II.A van de richtlijn genoemde schadelijke organismen geïsoleerd in te voeren.

3. In afwijking van het bepaalde in de voorgaande leden kan de Dienst met inachtneming van het in de richtlijn bepaalde al dan niet onder voorwaarden ontheffing verlenen.

Artikel 3

1. De invoer van planten van knollenvormende Solanum-soorten van oorsprong uit de Verenigde Staten van Amerika en Canada is verboden.

2. Onverminderd het bepaalde in het eerste lid is de invoer verboden van:

a. pootaardappelen, van oorsprong uit een land niet behorende tot de Europese Gemeenschappen indien deze aardappelen zijn aangetast door de schimmel Phoma exigua var. foveata (Foister) Boerema;

b. aardappelen – met uitzondering van pootaardappelen, nieuwe aardappelen (primeurs) en aardappelen bestemd voor onmiddellijke industriële verwerking – indien zij meer dan licht zijn aangetast door de onder a bedoelde schimmel.

Artikel 4

1. De bevoegde autoriteiten kunnen voor zover geen verspreiding van schadelijke organismen behoeft te worden gevreesd in onderling overleg de periode genoemd in bijlage III.A onder punt 8 van de richtlijn bekorten.

2. Het bepaalde in bijlage III.A, punt 8, geldt niet voor planten van oorsprong uit en afkomstig van Denemarken, de Republiek Ierland en het Verenigd Koninkrijk van Groot-Brittannië.

Artikel 5

1. De in bijlage VI van de richtlijn genoemde planten moeten bij

invoer onmiddellijk worden behandeld met blauwzuur of met enig ander door de bevoegde autoriteiten in onderling overleg voor dit doel aangewezen insektendodend middel. De voor de begassing bestemde zendingen worden op kosten van de ontvanger aan een der door de Dienst aangewezen begassingsposten doorgezonden.

2. Van de begassing zijn vrijgesteld planten van oorsprong uit en afkomstig van Denemarken, de Republiek Ierland en het Verenigd Koninkrijk van Groot-Brittannië.

3. Van de verplichting bedoeld in het eerste lid kan door de desbetreffende Dienst vrijstelling worden verleend ten aanzien van de in het eerste lid bedoelde planten welke van oorsprong zijn uit en afkomstig van landen waar Quadraspidiotus perniciosus (Comst.) niet voorkomt dan wel voor planten waarbij naar het oordeel van die Dienst geen verbreiding van Quadraspidiotus perniciosus (Comst.) behoeft te worden gevreesd.

Artikel 6

1. Met inachtneming van hetgeen is bepaald in de artikelen 11 en 12 van de richtlijn controleren de Diensten de zendingen bij invoer telkenmale wanneer zulks nodig is.

2. De plaatsen van binnenkomst kunnen door de bevoegde autoriteiten worden aangewezen.

Artikel 7

1. Het bepaalde in de artikelen 5 t/m 10 en 12 van de richtlijn geldt, voor zover geen verspreiding van schadelijke organismen behoeft te worden gevreesd, niet voor:

a. kleine hoeveelheden:

- afgesneden bloemen en delen van planten voor sierdoeleinden,
- verse vruchten,
- kamerplanten,
- bloembollen,

die door reizigers voor persoonlijk gebruik zijn meegenomen.

b. planten niet bestemd voor opplant of vermeerdering die afkomstig zijn van terreinen in het grensgebied van een Lid-Staat en die worden beheerd vanuit nabij gelegen woon- of bedrijfsgebouwen op het grondgebied van het invoerende Beneluxland.

2. Voor planten, bestemd voor opplant of vermeerdering die afkomstig zijn van terreinen in het grensgebied van een Lid-Staat en die

worden beheerd vanuit nabij gelegen woon- of bedrijfsgebouwen op het grondgebied van het invoerende Beneluxland, kan de betrokken Dienst van dat Beneluxland afwijkingen van de in het eerste lid genoemde artikelen in individuele gevallen toestaan, voor zover geen verspreiding van schadelijke organismen behoeft te worden gevreesd.

Op 3 december 1980 heeft het Comité van Ministers de volgende beschikking tot wijziging van de beschikking M(74)8 vastgesteld:

Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie tot wijziging van de beschikking van 13 mei 1974 betreffende de harmonisatie der wetgevingen inzake voedingszetmelen, M(74)8 M(80)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,

Gelet op de Beschikking van het Comité van Ministers van 13 mei 1974 betreffende de harmonisatie der wetgevingen inzake voedingszetmelen, M(74)8,

Overwegende dat het om toxicologische en technologische redenen noodzakelijk is om deze Beschikking te wijzigen,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

Onverminderd het bepaalde in bijlage I behorende bij de Beschikking van 13 mei 1974 betreffende de harmonisatie der wetgevingen inzake voedingszetmelen, M(74)8, worden onderstaande wijzigingen in het bepaalde in bijlage II bij deze Beschikking aangebracht.

a. Het maximum-gehalte aan propyleenchloorhydrine toegelaten in het onder letter K gecodeerde gemodificeerde voedingszetmeel hydroxypropyl-zetmeel, wordt teruggebracht tot 1 mg/kg.

b. De gemodificeerde voedingszetmelen, gecodeerd onder de letters L, M en O voor respectievelijk dizetmeelglycerol, hydroxypropyldizetmeelglycerol en geacetyleerd dizetmeelglycerol, worden geschrapt.

c. Rekening houdend met het produktieprocédé en de specificatie, opgenomen in bijlage I bij deze Beschikking, zal onder letter R het gemodificeerd voedingszetmeel hydroxypropyldizetmeelfosfaat worden opgenomen.

d. Het maximumgehalte aan zwaveldioxyde (SO_2) in voedingszetmeel bedraagt 50 mg/kg.

Artikel 2

Het bepaalde ten aanzien van de definities onder II van het reglement, behorend bij de Beschikking betreffende de harmonisatie der wetgevingen inzake voedingszetmelen, M(74)8, dient als volgt te worden aangevuld:

2.3. Enzymatisch gemodificeerd voedingszetmeel

Onder enzymatisch gemodificeerd voedingszetmeel wordt verstaan het produkt verkregen door behandeling van voedingszetmeel door voor voedingsdoeleinden geschikte enzymen en met een Dextrose Equivalent (D.E.) lager dan 3.

Artikel 3

1. De Regeringen van de drie Beneluxlanden nemen de nodige maatregelen opdat de bepalingen van deze Beschikking uiterlijk op 1 januari 1981 van kracht worden.

2. Uiterlijk zes maanden na afloop van de in het eerste lid genoemde termijn brengt ieder der drie regeringen verslag uit aan het Comité van Ministers over de maatregelen die zijn getroffen ter uitvoering van onderhavige beschikking. Bij dit verslag zal de tekst van de nationale uitvoeringsmaatregelen worden gevoegd.

GEDAAN te Brussel, op 3 december 1980.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) C. FLESCH

Bijlage

M(80)13

Gemodificeerd voedingszetmeel hydroxypropyldizetmeelfosfaat

Letter	Benaming	Produktieprocédé	Specificatie
R	Hydroxypropyldizetmeel fosfaat	Verethering met propyleenoxide: 10% max., gecombineerd met een verethering met fosforoxychloride: 0,1% max. of met natriummetafosfaat	Restfosfaat (uitgedrukt in P). – 0,04% max. voor zetmeel van granen, – 0,14% max. voor aardappelzetmeel. Propyleenchloorhydrine: – 1 mg/kg max. Propyleenoxyde: – 5 mg/kg max.

Op 20 januari 1981 heeft het Comité van Ministers de volgende beschikking tot wijziging van de beschikking M(77)12 vastgesteld:

Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie houdende wijziging van beschikking M(77)12 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende farmaceutische specialiteiten en geprefabriceerde geneesmiddelen voor menselijk gebruik M(80)14

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,

Gelet op artikel 1 van het Protocol inzake de afschaffing van controles en formaliteiten aan de binnengrenzen van Benelux en inzake de opheffing van de belemmeringen op het vrije verkeer, ondertekend te 's-Gravenhage op 29 april 1969.

Gelet op de Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie van 30 november 1977, M(77)12, inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende farmaceutische specialiteiten en geprefabriceerde geneesmiddelen voor menselijk gebruik ter vervanging van de Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie van 18 oktober 1972, M(72)21, 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,

Overwegende dat het noodzakelijk is gebleken het onderzoek naar de werking van de Gemeenschappelijke Benelux Dienst voor Registratie van Geneesmiddelen af te ronden met het oog op de in voornoemde

Beschikking bepaalde verruiming van het werkterrein en dat het om deze reden noodzakelijk is de inwerkingtreding van de desbetreffende bepaling naar een latere datum te verschuiven,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

Artikel 2 b) 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, M(77)12, vervalt en wordt vervangen door de volgende bepaling:

,,van 1 juli 1981 af op alle ,,geneesmiddelen'' ten aanzien waarvan na die datum een aanvraag tot registratie wordt ingediend''.

Artikel 2

Deze Beschikking treedt in werking op 1 januari 1981.

GEDAAN te Brussel, op 20 januari 1981.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) C. A. VAN DER KLAAUW

---

4. Aanbevelingen[1])

De op blz. 166 t/m 170 van *Trb.* 1970, 29, blz. 70 en 71 van *Trb.* 1971, 186, blz. 72 van *Trb.* 1972, 31, blz. 82 van *Trb.* 1974, 55, blz. 59 van *Trb.* 1974, 76, blz. 54 van *Trb.* 1975, 75, blz. 52 van *Trb.* 1977, 173 en blz. 37 van *Trb.* 1979, 42 afgedrukte opgave van aanbevelingen welke in overeenstemming met artikel 19, letter c, van het Verdrag door het Comité van Ministers zijn aangenomen, ware als volgt aan te vullen:

Aanbeveling inzake wederzijdse melding betreffende de overdracht van toxische en gevaarlijke afvalstoffen en afgewerkte olie tussen de Benelux-landen.

---

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

Uitgegeven de *achttiende* maart 1981.

De Minister van Buitenlandse Zaken,
C. A. VAN DER KLAAUW

INHOUD

Blz.

A. TITEL 1
B. TEKST 1
D. PARLEMENT 1
E. BEKRACHTIGING 1
G. INWERKINGTREDING 1
J. GEGEVENS 1
1. Verwijzingen 2
2. Overeenkomsten 2
3. Beschikkingen van het Comité van Ministers . . . 3

Ingevolge Protocol afschaffing controles aan de binnengrenzen van Benelux

Beschikking houdende tweede wijziging van de beschikking M(76)40 inzake veterinairrechtelijke voorschriften voor het intra-Benelux-verkeer en de invoer van papegaaiachtigen M(80)2 3

Beschikking tot wijziging van de beschikking van 26 januari 1976, M(76)12, betreffende de procedure voor de samenwerking bij wering en bestrijding van dierziekten M(80)3 4

Beschikking tot wijziging van de beschikking inzake poeders en andere samengestelde produkten bestemd voor de bereiding van pudding en soortgelijke waren, M(73)74 van 26 november 1973 M(80)4 6

Beschikking betreffende de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek inzake eetbare oliën M(80)5 8

Beschikking inzake de te nemen maatregelen met het oog op de fytosanitaire inspectie van ingevoerde planten, plantaardige produkten en grond op een andere plaats dan de plaats van dedouanering M(80)10 32

Beschikking inzake de te nemen fytosanitaire maatregelen bij invoer van planten, plantaardige produkten en grond M(80)11 36

Beschikking tot wijziging van de beschikking van 13 mei 1974 betreffende de harmonisatie der wetgevingen inzake voedingszetmelen, M(74)8, M(80)13 40

Beschikking houdende wijziging van beschikking M(77)12 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende farmaceutische specialiteiten en geprefabriceerde geneesmiddelen voor menselijk gebruik M(80)14 42

4. Aanbevelingen 43