

N. 82 — 1043

3 JUNI 1982. — Koninklijk besluit tot vaststelling van de geldige referentiemethoden voor de ontleding van koffie-extracten, cafeïnevrije koffie-extracten en cichorei-extracten

BOUDEWIJN, Koning der Belgen,

Aan allen die nu zijn en hierna wezen zullen, Onze Groot.

Gelet op de wet van 24 januari 1977 betreffende de bescherming van de gezondheid van de verbruikers op het stuk van de voedingsmiddelen en andere produkten, inzonderheid op artikel 12;

Gelet op de richtlijn van 13 november 1979 van de Commissie van de Europese Gemeenschappen tot vaststelling van de communautaire analysemethoden voor de controle van extracten van koffie en cichorei;

Gelet op het koninklijk besluit van 17 februari 1976 houdende vaststelling van de geldige referentiemethoden voor ontleding van koffie, koffie-extracten en koffiesurrogaten;

Gelet op de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973, inzonderheid op artikel 3, § 1, zoals het gewijzigd werd door artikel 18 van de gewone wet van 9 augustus 1980 ter hervorming der instellingen;

Overwegende dat de dringendheid is gerechtvaardigd doordat de vervaldag van de termijn die werd toegekend aan de Lid-Staten door de richtlijn zelf, de onmiddellijke verwezenlijking vergt van een normatieve beschikking;

Op de voordracht van Onze Minister van Sociale Zaken en van Onze Staatssecretaris voor Volksgezondheid en Leefmilieu,

Hebben Wij besloten en besluiten Wij :

Artikel 1. De enige geldige referentiemethoden voor de ontleding van koffie-extracten, cafeïnevrije koffie-extracten en cichorei-extracten zijn vastgesteld in de bijlage van dit besluit.

Art. 2. De bepalingen van het koninklijk besluit van 17 februari 1976 houdende vaststelling van de geldige referentiemethoden voor ontleding van koffie, koffie-extracten en koffiesurrogaten en die betrekking hebben op de referentiemethoden van onderzoek inzake koffie-extracten, cafeïnevrije koffie-extracten en cichorei-extracten worden opgeheven.

Art. 3. Onze Minister van Sociale Zaken en Onze Staatssecretaris voor Volksgezondheid en Leefmilieu zijn belast met de uitvoering van dit besluit.

Gegeven te Brussel, 3 juni 1982.

BOUDEWIJN

Van Koningswege :

De Minister van Sociale Zaken,

J.-L. DEHAENE

De Staatssecretaris voor Volksgezondheid
en Leefmilieu,

F. AERTS

Bijlage

*Referentiemethoden van onderzoek inzake koffie-extracten,
cafeïnevrije koffie-extracten en cichorei-extracten*

I. Algemene inlichtingen

1. HET VOORBEREIDEN VAN HET ANALYSEMONSTER.
 - 1.1. Algemeen.
De grootte van het aan het laboratorium ter onderzoek aangeboden monster dient ten minste 50 g te bedragen.
 - 1.2. De monstervoorbereiding voor de chemische analyse.

F. 82 — 1043

3 JUIN 1982. — Arrêté royal fixant les méthodes d'analyse de référence valables en matière d'extraits de café décaféiné et d'extraits de chicorée

BAUDOIN, Roi des Belges,

A tous, présents et à venir, Salut.

Vu la loi du 24 janvier 1977 relative à la protection de la santé des consommateurs en ce qui concerne les denrées alimentaires et les autres produits, notamment l'article 12;

Vu la directive du 13 novembre 1979 de la Commission des Communautés européennes portant fixation des méthodes d'analyse communautaires pour le contrôle des extraits de café et des extraits de chicorée;

Vu l'arrêté royal du 17 février 1976 fixant les méthodes d'analyse de référence valables en matière de café, extraits de café et succédanés de café;

Vu les lois sur le Conseil d'Etat, coordonnées le 12 janvier 1973, notamment l'article 3, § 1er, tel qu'il a été modifié par l'article 18 de la loi ordinaire du 9 août 1980 de réformes institutionnelles;

Considérant que l'urgence se justifie en ce que le délai imparti aux Etats Membres par la directive elle-même impose l'intervention immédiate d'un dispositif normatif;

Sur la proposition de Notre Ministre des Affaires sociales et de Notre Secrétaire d'Etat à la Santé publique et à l'Environnement,

Nous avons arrêté et arrêtons :

Article 1er. Les seules méthodes de référence valables pour l'analyse des extraits de café, des extraits de café décaféiné et des extraits de chicorée sont fixées à l'annexe du présent arrêté.

Art. 2. Les dispositions relatives aux méthodes d'analyse de référence en matière d'extraits de café, d'extraits de café décaféiné et d'extraits de chicorée figurant à l'arrêté royal du 17 février 1976 fixant les méthodes d'analyse de référence valables en matière de café, extraits de café et succédanés de café sont abrogées.

Art. 3. Notre Ministre des Affaires sociales et Notre Secrétaire d'Etat à la Santé publique et à l'Environnement sont chargés de l'exécution du présent arrêté.

Donné à Bruxelles, le 3 juin 1982.

BAUDOIN

Par le Roi :

Le Ministre des Affaires sociales,

J.-L. DEHAENE

Le Secrétaire d'Etat à la Santé publique
et à l'Environnement,

F. AERTS

Annexe

*Méthodes d'analyse de référence relatives aux extraits de café,
extraits de café décaféiné et aux extraits de chicorée*

I. Dispositions générales

1. PREPARATION DE L'ECHANTILLON POUR L'ANALYSE.
 - 1.1. Généralités.
La masse de l'échantillon au laboratoire pour analyse doit être d'au moins 50 g.
 - 1.2. Préparation de l'échantillon pour l'analyse chimique.

- 1.2.1. Het mengen.**
Het te onderzoeken monster dient vóór de analyse steeds te worden gehomogeniseerd.
- 1.2.1.1. Monsters in poeder- of pastavorm dienen uit de verpakking te worden verwijderd en na het verkleinen van eventuele klonters, te worden gehomogeniseerd. Het gehomogeniseerde monster dient in geschikte potten of flessen te worden bewaard.**
- 1.2.1.2. Vloeibare monsters worden gemengd door roeren.**
- 1.3. Monsterpotten.**
Het gehomogeniseerde monster dient in lucht- en vocht-dichte potten bewaard te worden.
- 2. REAGENTIA.**
- 2.1. Water.**
- 2.1.1. Onder water, gebruikt voor oplossen, verdunnen of uitwassen, wordt verstaan gedestilleerd water of water van ten minste gelijke zuiverheid.**
- 2.1.2. Zonder nadere specificatie wordt onder « oplossing » of « verdunning » steeds verstaan « oplossing in water » of « verdunning met water ».**
- 2.2. Chemicaliën.**
Indien niet anders gespecificeerd dienen de gebruikte chemicaliën van analytisch zuivere kwaliteit te zijn.
- 3. APPARATEN.**
- 3.1. Lijst van apparaten.**
De lijst van apparaten bevat slechts apparaten voor speciale doeleinden of met speciale specificatie.
- 3.2. Analytische balans.**
Onder analytische balans wordt verstaan een balans met een gevoeligheid van ten minste 0,1 mg.
- 4. WEERGAVE VAN DE RESULTATEN.**
- 4.1. Resultaten.**
Het gerapporteerde analyseresultaat dient het gemiddelde te zijn van ten minste twee bepalingen, die voldoen aan de eisen van de herhaalbaarheid.
- 4.2. Het berekenen van het percentage.**
Indien niet anders gespecificeerd, worden de resultaten berekend in massaprocenten van het ter onderzoek aangeboden monster.
- 4.3. Aantal significante cijfers.**
Het resultaat dient niet meer significante cijfers te bevatten dan overeenkomst met de nauwkeurigheid van de gebruikte analysemethode.
- 5. ANALYSERAPPORT.**
In het analyserapport moeten de toegepaste analyse-methode en de verkregen resultaten worden vermeld. Voorts moeten alle details van de werkwijze worden vermeld, die niet in de analysemethode zijn genoemd of die facultatief zijn, alsmede alle omstandigheden die van invloed kunnen zijn geweest op de verkregen resultaten.
Het analyserapport moet alle gegevens bevatten die nodig zijn om het monster te kunnen identificeren.

II. Het bepalen van het gehalte aan caféïne

- 1. DOEL EN GEBIED VAN TOEPASSING.**
Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het gehalte aan caféïne in caféïnevrije koffie-extracten.

- 1.2.1. Mélange.**
L'échantillon à analyser doit toujours être bien mélangé avant pesée de la prise d'essai.
- 1.2.1.1. Les échantillons en poudre ou en pâte doivent être sortis du récipient, les grains écrasés et l'échantillon mélangé de façon adéquate et placé dans un récipient approprié.**
- 1.2.1.2. Les échantillons sous forme liquide doivent être mélangés au moyen d'un agitateur.**
- 1.3. Récipients.**
L'échantillon doit toujours être conservé dans un récipient imperméable à l'air et à l'humidité.
- 2. REACTIFS.**
- 2.1. Eau.**
- 2.1.1. Lorsqu'il est précisé que l'on doit employer de l'eau pour la mise en solution, la dilution ou le lavage, on utilisera de l'eau distillée ou de l'eau déminéralisée de pureté au moins équivalente.**
- 2.1.2. Lorsqu'il est fait référence à la mise en solution ou à la dilution sans autre indication, on sous-entend mise en solution dans l'eau ou dilution avec de l'eau.**
- 2.2. Réactifs chimiques.**
Sauf spécification contraire, tous les réactifs chimiques utilisés doivent être de qualité analytique.
- 3. APPAREILLAGE.**
- 3.1. Liste des appareils.**
Les listes des appareils mentionnent seulement ceux qui sont destinés à un usage particulier ou qui comportent des spécifications spéciales.
- 3.2. Balance analytique.**
Balance analytique signifie une balance capable de peser à 0,1 mg près.
- 4. EXPRESSION DES RESULTATS.**
- 4.1. Résultats.**
Le résultat indiqué dans le rapport d'analyse est la valeur moyenne obtenue à partir d'au moins deux dosages, pour lesquels la reproductibilité est satisfaisante.
- 4.2. Calcul du pourcentage.**
Sauf disposition contraire, le résultat sera calculé en pourcentage de la masse de l'échantillon.
- 4.3. Nombre de chiffres significatifs.**
Le résultat ne doit pas contenir plus de chiffres significatifs que la précision de la méthode d'analyse ne l'exige.
- 5. PROCES-VERBAL DE L'ESSAI.**
Le procès-verbal de l'essai précisera la méthode d'analyse utilisée ainsi que les résultats obtenus. Il mentionnera, en outre, tous les détails de la procédure, non spécifiés dans la méthode d'analyse ou facultatifs, ainsi que les conditions susceptibles d'avoir influencé le résultat obtenu.
Le procès-verbal de l'essai fournira toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

II. Dosage de la caféïne

- 1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION.**
Cette méthode décrit le dosage de la caféïne dans les extraits de café décaféiné.

2. DEFINITIE.

Het gehalte aan cafeïne : het gehalte aan cafeïne bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. BEGINSSEL.

De in het analysemonster aanwezige cafeïne wordt met behulp van een ammoniakoplossing ontsloten. Het extract wordt met behulp van diëthylether eerst via een alkalische en vervolgens via een zure kolom gezuiverd. De cafeïne wordt vervolgens uit de zure kolom gesluerd met behulp van chloroform en spectrofotometrisch bepaald.

4. REAGENTIA.

4.1. Zwavelzuuroplossing 2 M.

4.2. Natriumhydroxydeoplossing 2 M

4.3. Celite 545, of gelijkwaardig.

4.4. Ammoniakoplossing, ongeveer 4 M (voeg 1 volumedeel geconcentreerde ammoniak, 9 20 ongeveer 0,9 g/ml, bij 2 volumedelen water).

4.5. Diëthylether zuiver of gezuiverd door chromatografie over een kolom van basisch aluminiumoxyde met een activiteitsgraad 1 (zie 6.6.).

Laat 800 ml diëthylether door een kolom gevuld met 100 g aluminiumoxyde stromen. De aldus gezuiverde diëthylether dient in bruine flessen bewaard te worden. (Men kan, in plaats van door chromatografie gezuiverd diëthylether, ook gedestilleerd en peroxydevrij diëthylether gebruiken).

Verzadig de diëthylether met water.

4.6. Cafeïne (1,3,7 trimethyl-2,6-dihydroxypurine), zuiver, watervrij ($C_8H_{10}N_4O_2$).

4.7. Chloroform, zuiver of gezuiverd volgens de onder 4.5 beschreven methode en verzadigd met water.

5. APPARATEN.

5.1. Chromatografiekolommen (zie fig. 1), met een lengte van ongeveer 250 mm, inwendige diameter (kolom I), 21 mm, inwendige diameter (kolom II) 17 mm, voorzien van een kraan met ingeslepen stop.

5.2. Ultraviolet spectrofotometer.

De spectrofotometer dient in het gebied waarin gemeten wordt nauwkeurig te zijn tot op 0,004 extinctie-eenheden.

5.3. Kwartscuvetten, optische weglengte 10 mm.

5.4. De normale laboratoriumbenodigdheden, waaronder :

5.4.1. Waterbad, kokend,

5.4.2. Maatkolven van 50, 100 en 1 000 ml, die voldoen aan de normen van ISO-aanbeveling 1042,

5.4.3. Volumepipetten van 2 en 5 ml, die voldoen aan de normen van ISO-aanbeveling 648,

5.4.4. Analytische balans.

6. WERKWIJZE.

6.1. Het voorbereiden van het analysemonster.

Weeg tot op 0,1 mg nauwkeurig, ongeveer 0,5 g droog koffie-extract of 0,5 tot 0,7 g koffie-extractpasta, of 0,8 tot 3,2 vloeibare koffie-extract af in een beker-glaasje van 100 ml. Van de beide laatste produkten dient een zodanige hoeveelheid afgewogen te worden,

2. DEFINITION.

Teneur en caféine : teneur en caféine telle qu'elle est dosée par la présente méthode.

3. PRINCIPE.

La caféine est extraite d'une prise d'essai de l'échantillon, en milieu ammoniacal. Elle est ensuite successivement purifiée avec de l'éther diéthylique sur deux colonnes chromatographiques, la première en milieu alcalin, la seconde en milieu acide. La caféine est ensuite éluee à partir de la colonne acide par du chloroforme et mesurée par spectrophotométrie.

4. REACTIFS.

4.1. Acide sulfurique, solution 2 M.

4.2. Hydroxyde de sodium, solution 2 M.

4.3. Céélite 545 ou équivalent.

4.4. Solution d'ammoniaque, environ 4 M (ajouter 1 volume de solution d'ammoniaque concentré, 9 20 environ 0,9 g/ml, à 2 volumes d'eau).

4.5. Ether diéthylique, pur ou repurifié par chromatographie sur une colonne d'oxyde d'aluminium basique de degré d'activité 1 (voir point 6.6.).

Faire passer 800 ml d'éther diéthylique dans une colonne contenant 100 g d'oxyde d'aluminium. L'éther diéthylique ainsi purifié doit être conservé dans des flacons en verre sombre jusqu'à son utilisation. (On peut utiliser aussi de l'éther diéthylique récemment distillé et exempt de peroxydes au lieu de l'éther diéthylique purifié par chromatographie).

Saturer l'éther diéthylique avec de l'eau.

4.6. Caféine (triméthyl 1,3,7-dihydroxypurine-2,6), pure, anhydre ($C_8H_{10}N_4O_2$).

4.7. Chloroforme, pur ou repurifié par chromatographie selon la méthode spécifiée au point 4.5 et saturé d'eau.

5. APPAREILLAGE.

5.1. Colonnes pour chromatographie (voir figure 1), approximativement, de longueur 250 mm, de diamètre intérieur 21 mm (colonne I) et 17 mm (colonne II), munies de robinets d'arrêt.

5.2. Spectrophotomètre d'absorption dans l'ultraviolet.

Le spectrophotomètre doit avoir une précision allant jusqu'à une absorbance de 0,004 dans la gamme utilisée.

5.3. Cuves en silice de 10 mm de parcours optique.

5.4. Matériel courant de laboratoire, notamment :

5.4.1. bain d'eau, bouillant,

5.4.2. fioles jaugées à un trait, de 50 ml, 100 ml et 1 000 ml, conformes à l'ISO 1042,

5.4.3. pipettes à un trait, de 2 ml et 5 ml, conformes à l'ISO 648,

5.4.4. balance analytique.

6. MODE OPERATOIRE :

6.1. Préparation de la prise d'essai.

Peser à 0,1 mg près environ 0,5 g d'échantillon d'extract de café séché, entre 0,5 et 0,7 g d'échantillon d'extract de café en pâte et entre 0,8 et 3,2 g d'échantillon d'extract de café liquide dans un bécher de 100 ml. Les deux dernières pesées devront être choisies de

dat het analysemonster ongeveer overeenkomt met 0,5 g droog koffie-extract. Voeg 5 ml ammoniakoplossing (4.4) toe en verwarm gedurende 2 minuten op het kokend waterbad (5.4.1.). Voeg 6 g Celite (4.3) toe en meng zorgvuldig.

6.2. Het vullen van de kolommen.

6.2.1. Kolom I (alkalische kolom).

Laag A. meng met behulp van een buigzame spatel voorzichtig 3 g Celite (4.3) met 2 ml natrium-hydroxyde-oplossing (4.2) tot dat een homogeen vochtig poeder is verkregen.

Breng in een chromatografiekolom (5.1), waarvan in het onderste deel een prop katoenen watten of glaswol is aangebracht, het poeder in porties van ongeveer 2 g. Na iedere toevoeging wordt het poeder met behulp van een aan het uiteinde afgeplatte glasstaaf aangedrukt, totdat een homogene compacte laag is verkregen.

N.B. : Het vulmateriaal kan in grotere hoeveelheden worden bereid en in gesloten potten worden bewaard.

Laag B : Breng het mengsel van Celite en het monster (6.1) over in de kolom op laag A. Spoel het bekeerglas tweemaal telkens met ongeveer 1 g Celite (4.3) en breng over in de kolom. Druk aan totdat een homogene laag is verkregen en breng vervolgens op laag B een prop katoenen watten of glaswol aan.

6.2.2. Kolom II (zure kolom).

Breng in een tweede chromatografiekolom (5.1), waar in het onderste gedeelte een prop katoenen watten of glaswol is aangebracht, een zorgvuldig gehomogeniseerd mengsel van 3 g Celite (4.3) en 3 ml zwavel zuuroplossing (4.1) op de wijze zoals beschreven voor laag A in 6.2 (Zie opmerking in 6.2.1). Breng op de laag een prop katoenen watten of glaswol aan.

6.3. Chromatografie.

Stel de kolommen op een zodanige manier op, dat het eluaat van kolom I direct in kolom II druppelt. Laat 150 ml diëthylether (4.5) door de beide kolommen stromen. De kraan van kolom I blijft geopend. De kraan van kolom II wordt zodanig afgesteld, dat steeds een laag vloeistof boven de kolomvulling blijft. Verwijder kolom I. Laat vervolgens 50 ml diëthylether (4.5) door kolom II stromen, waarbij met de eerste portie tevens de uitloop van kolom I wordt gespoeld. Verwerp het eluaat van kolom II.

N.B. : De gebruikte diëthylether kan door schudden met ijzer (II) sulfaat en reiniging door chromatografie (4.5) voor hergebruik teruggewonnen worden.

Blaas vervolgens lucht door kolom II (met behulp van b.v. een rubber ballon), totdat er geen diëthylether meer afvloeit en de uittredende lucht slechts een zwakke ethergeur vertoont (zie opmerking hieronder). Elueer kolom II met 45 tot 50 ml chloroform (4.7). Vang het eluaat op in de maatkolf van 50 ml (5.4.2). Vul aan tot aan de ijkstreep met chloroform (4.7) en meng zorgvuldig.

De vrije doorstromingsnelheid van de diëthylether en de chloroform dient tussen 1,5 en 3 ml/min. te bedragen. Grotere doorstromingsnelheid wijst op mogelijke scheurvorming in de kolomvulling.

N.B. : Deze handelingen moeten worden uitgevoerd in een goed geventileerde zuurkast, ten einde het inademen van dampen en de mogelijkheid van explosie te voorkomen.

6.4. Spectrofotometrie (zie figuur 2).

façon à ce que les prises d'essai contiennent environ 0,5 g d'extrait de café séché. Ajouter 5 ml de solution d'ammoniacale (4.4), et chauffer pendant deux minutes au bain d'eau bouillant (5.4.1). Ajouter 6 g de célite (4.3) et mélanger soigneusement

6.2. Remplissage des colonnes.

6.2.1. Colonne I (colonne alcaline).

Phase A : mélanger soigneusement, en pétrissant avec la lame d'une spatule flexible, 3 g de célite (4.3) et 2 ml de solution d'hydroxyde de sodium (4.2) jusqu'à l'obtention d'une poudre homogène légèrement humide.

Transvaser cette poudre par petites fractions d'environ 2 g dans une colonne chromatographique (5.1), la partie inférieure de celle-ci étant garnie d'un petit tampon de coton ou de laine de verre. Après chaque addition, tasser le mélange, sans exagération, avec un agitateur en verre, dont l'une des extrémités est aplatie au diamètre de la colonne, jusqu'à l'obtention d'une phase parfaitement homogène et compacte.

N.B. : Le produit de remplissage de la colonne peut être préparé à l'avance en quantité importante et conservé dans des récipients clos.

Phase B : Transvaser le mélange célite-échantillon (6.1), dans la colonne au-dessus de la phase A. Sécher deux fois le bécher avec des quantités d'environ 1 g de célite (4.3), transvasées ensuite dans la colonne. Tasser pour obtenir une phase homogène et placer un tampon de coton ou de laine de verre au-dessus de la phase B.

6.2.2. Colonne II (colonne acide).

Placer dans une seconde colonne, dont la partie inférieure est garnie d'un tampon de coton ou de laine de verre, 3 g de célite (4.3) et 3 ml de solution d'acide sulfurique (4.1), soigneusement mélangés dans les mêmes conditions que pour la phase A au point 6.2.1. (voir la note sous 6.2.1.). Placer un tampon de coton ou de laine de verre au-dessus de la couche.

6.3. Chromatographie.

Monter les colonnes l'une au-dessus de l'autre de sorte que l'écoulement de la colonne I puisse tomber goutte à goutte, directement dans la colonne II. Faire passer 150 ml d'éther diéthylique (4.5), à travers les deux colonnes. Maintenir le robinet de la colonne I ouvert. Régler le robinet de la colonne II de façon qu'une certaine quantité de liquide surnage au-dessus de la phase. Retirer la colonne I. Faire passer 50 ml d'éther diéthylique (4.5) à travers la colonne II, en utilisant la portion initiale pour laver l'extrémité de la colonne I, et faire passer également cette portion à travers la colonne II. Rejeter les effluents provenant de la colonne II.

N.B. : L'éther diéthylique employé peut être réutilisé après agitation avec du sulfate de fer (II) et purification par chromatographie (4.5).

Faire passer un courant d'air, au sommet de la colonne II, en maintenant le robinet ouvert (par exemple, en utilisant un ballon de caoutchouc gonflé), jusqu'à ce qu'il n'y ait plus d'éther diéthylique s'écoulant de la colonne et que l'air s'échappant du robinet ne présente plus qu'une très faible odeur d'éther diéthylique (voir N.B. ci-après). Eluer la colonne II avec 45 à 50 ml de chloroforme (4.7). Recueillir l'éluat dans une fiole jaugée de 50 ml (5.4.2), compléter au trait avec du chloroforme (4.7) et mélanger soigneusement.

Le débit d'éther diéthylique et de chloroforme dans les conditions normales d'écoulement doit être de 1,5 à 3 ml/min. Si le débit est plus rapide, on peut supposer qu'il y a des fissures.

N.B. : L'opérateur doit travailler sous une hotte convenablement ventilée pour éviter de respirer des vapeurs de solvant et pour prévenir les risques d'explosion.

6.4. Mesure spectrophotométrique (voir figure 2).

6.4.1. Het meten van de analyse-oplossing.
 Vermijd onjuiste resultaten door het verdampen van chloroform. Meet de extinctie van de oplossing van cafeïne in chloroform (6.3) met behulp van de kwartscuvetten (5.3) tegen chloroform (4.7) bij 276 nm (extinctiemaximum). Ten einde de zuiverheid van de cafeïne te controleren worden eveneens de extinctie bij 246 nm (extinctieminimum) en bij 306 nm gemeten.

Indien de extinctie bij 276 nm hoger is dan 1,3 moet de meting herhaald worden met een verdunde oplossing. Houd in dat geval rekening met de verdunningsfactor en wijzig dienovereenkomstig de formule in 7.1. Indien de extinctie bij 276 nm lager is dan 0,2, dient de bepaling herhaald te worden met een grotere inweeg.

6.4.2. Het bereiden en het meten van de standaardoplossing. Bereid de standaardoplossing op de volgende wijze :

Weg, tot op 0,1 mg nauwkeurig, 100 ± 20 mg zuivere watervrije cafeïne (4.6) in een maatkolf van 1 000 ml (5.4.2). Los op in chloroform, vul aan met chloroform tot aan de ijkstreep en meng. Pipetteer 5 ml van deze oplossing in een maatkolf van 50 ml, vul aan tot aan de ijkstreep met chloroform en meng.

Meet de extinctie van deze oplossing op de wijze zoals beschreven in 6.4.1. De gecorrigeerde extinctie van de standaardoplossing dient in de grootte-orde van 0,4 te liggen.

6.5. Het aantal bepalingen.
 Voer ten minste één duplobepaling uit met hetzelfde monster.

6.6. Zuiverheidscontrole.
 Voer een blancobepaling uit met de reagentia, maar zonder monster. Bij gebruik van gezuiverde teruggewonnen reagentia (4.5 en 4.7) dient de blancobepaling herhaald te worden ten einde de zuiverheid te controleren.

7. WEERGAVE VAN DE RESULTATEN.

7.1. Formule en methode van berekening.
 Het gehalte aan cafeïne, uitgedrukt in massaprocenten van het droge monster, wordt berekend met de formule :

$$\frac{5 \times 10^4 \times C \times A_1}{A_2 \times m \times p}$$

waarin :

C = de concentratie van de cafeïne in de standaardoplossing (6.4.2) in g/ml;

A₁ = de gecorrigeerde extinctie van het gezuiverde extract (6.4.1) = extinctie bij 276 nm — 0,5 (extinctie bij 246 nm + extinctie bij 306 nm);

A₂ = de gecorrigeerde extinctie van de standaardoplossing (6.4.2) = extinctie bij 276 nm — 0,5 (extinctie 246 nm + extinctie bij 306 nm);

m = de afgewogen hoeveelheid analysemonster in g;

p = het droge stofgehalte van het monster, uitgedrukt in massaprocenten, bepaald volgens methoden III A of B.

7.2. Herhaalbaarheid.
 Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd door dezelfde analist in hetzelfde monster en dezelfde omstandigheden mag niet méér bedragen dan 0,01 g cafeïne per 100 g produkt.

6.4.1. Mesurage de la solution d'essai.
 En évitant les erreurs dues à l'évaporation du chloroforme, mesurer la densité optique de la solution chloroformique de caféine (6.3) dans des cuves en silice (5.3) par rapport à du chloroforme (4.7) à 276 nm (absorption maximale). Mesurer aussi la densité optique à 246 nm (absorption minimale) et à 306 nm pour vérifier la pureté de la caféine obtenue.

Si la densité optique à 276 nm dépasse 1,3, refaire le mesurage sur une partie diluée de la solution d'essai. Dans ce cas, tenir compte du facteur de dilution : les facteurs intervenant dans les formules du point 7.1 doivent être modifiés en conséquence. Si la densité optique mesurée à 276 nm est inférieure à 0,2, recommencer la détermination en utilisant une prise d'essai plus importante.

6.4.2. Préparation et mesurage de la solution de référence. Préparer une solution de référence de caféine de la façon suivante :

Peser, à 0,1 mg près, 100 ± 20 mg de caféine pure anhydre (4.6) dans une fiole jaugée de 1 000 ml (5.4.2). Dissoudre dans du chloroforme et compléter jusqu'au trait. Prélever, avec une pipette, 5 ml de cette solution et compléter jusqu'à 50 ml avec du chloroforme.

Mesurer la densité optique de cette solution comme indiqué au point 6.4.1. L'absorbance corrigée de la solution de référence doit être de l'ordre de 0,4.

6.5. Nombre de déterminations.
 Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon.

6.6. Essai à blanc.
 Effectuer un essai à blanc sur les réactifs en suivant le mode opératoire décrit ci-avant, mais sans la prise d'essai. Avant d'utiliser des réactifs repurifiés (4.5 et 4.7) refaire un essai à blanc pour vérifier leur pureté.

7. EXPRESSION DES RESULTATS

7.2. Formule et mode de calcul.
 La teneur en caféine, exprimée en pourcentage de la masse de matière sèche de l'échantillon est égale à :

où :

C = concentration en caféine de la solution de référence (6.4.2) en g/ml;

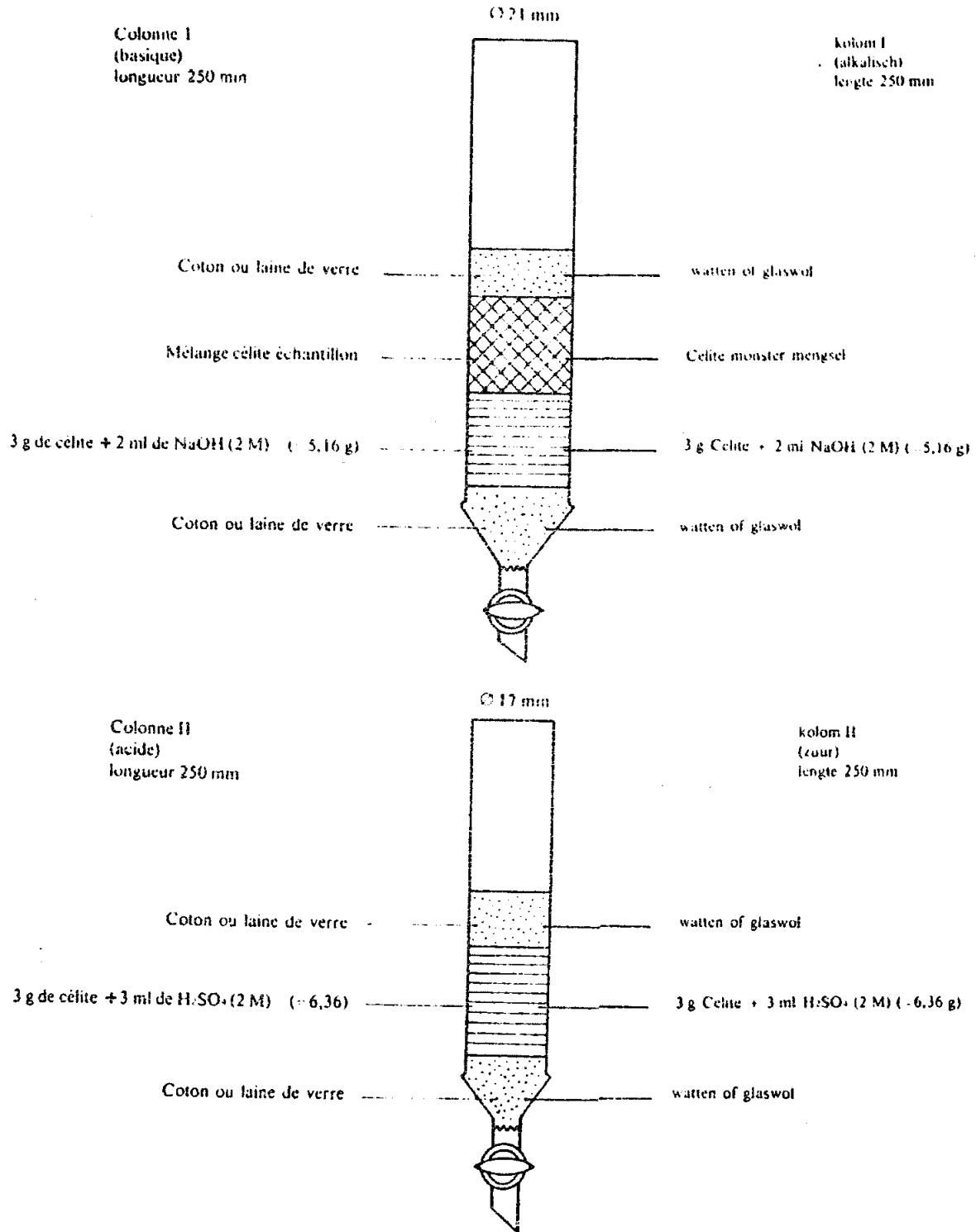
A₁ = densité optique corrigée de l'extrait purifié (6.4.1) = densité optique à 276 nm — 0,5 × (densité optique à 246 nm + densité optique à 306 nm);

A₂ = densité optique corrigée de la solution de référence de caféine (6.4.2) = densité optique à 276 nm — 0,5 × (densité optique à 246 nm + densité optique à 306 nm);

m = masse en g de la prise d'essai;

p = teneur en matière sèche, exprimée en pourcentage de la masse de l'échantillon, dosée selon les méthodes III A ou B.

7.2. Répétabilité.
 La différence entre les résultats indépendants de deux déterminations effectuées simultanément ou rapidement à la suite l'une de l'autre, sur le même échantillon par le même analyste et dans les mêmes conditions, ne doit pas dépasser 0,01 g de caféine par 100 g d'échantillon.

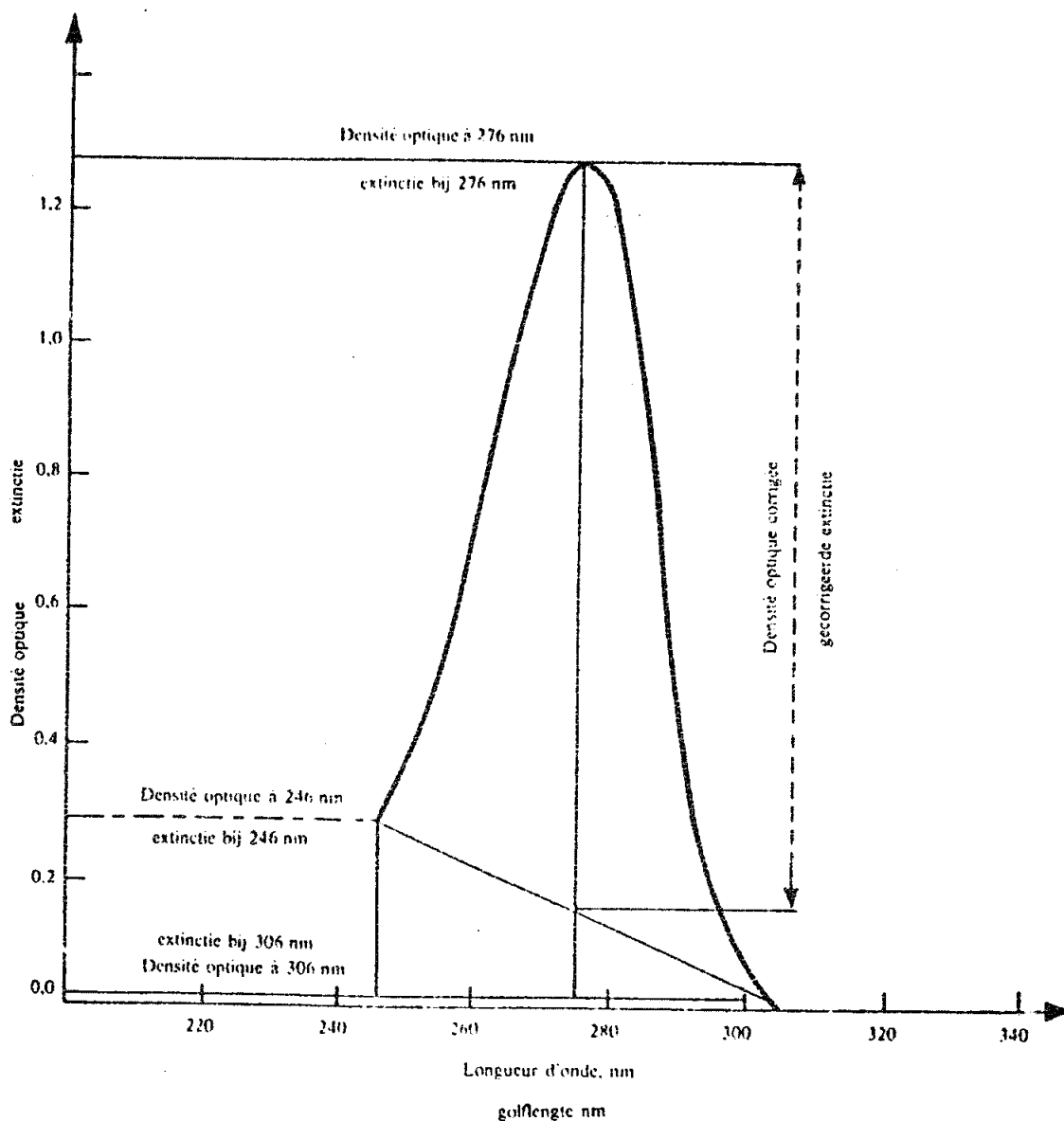


Figuur 1 : Chromatografiekolommen.

Figure 1 : Colonne chromatographiques.

Kwartscuvetten : optische weglengte 10 mm.
Oplosmiddel : chloroform.
Blanco : chloroform.

Cuves en silice avec 10 mm de parcours optique.
Solvant : chloroforme.
Blanc : chloroforme.



Figuur 2 : Extinctiecurve.

Figure 2 : Mesures spectrophotométriques.

III. HET BEPALEN VAN HET GEHALTE AAN DROGE STOF.

A. Extracten onder vaste vorm.

1. DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED.

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het gehalte aan droge stof in koffie en cichorei-extracten, oploskoffie, oploscichorei, oplosbaar koffie-extract, insatnkoffie, instant-cichorei, koffie-extract-poeder en cafeïnevrije koffie-extracten.

2. DEFINITIE.

Het gehalte aan droge stof : het gehalte aan droge stof bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

III. DETERMINATION DE LA TENEUR EN MATIERE SECHE.

A. Extraits sous forme solide.

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION.

Cette méthode permet de déterminer la teneur en matière sèche des extraits de café et de chicorée, des extraits de café et de chicorée solubles, des cafés et chicorées solubles des cafés et chicorées instantanés et des extraits de café décaféiné.

2. DEFINITION.

Teneur en matière sèche : teneur en matière sèche telle qu'elle est déterminée par la présente méthode.

3. **BEGINSEL.**

Het na 16 uur drogen in een vacuümdroogstoof bij een temperatuur van 70 °C en een druk van 5,0 kPa verkregen residu wordt bepaald en berekend als massa-percentagage van het monster.

4. **APPARATEN.**

4.1. Droogschalen, diameter \pm 50 mm, hoogte \pm 30 mm, met vlakke bodem en een goed sluitend deksel, bestendige tegen de inwerking van het analysemonster onder de omstandigheden van de analyse. Aluminium en roestvrijstalen schalen zijn geschikt.

4.2. Elektrisch verwarmde vacuüm droogstoof, voorzien van een automatische temperatuurregeling, ingesteld op 70 ± 1 °C, een nauwkeurige op 70 °C goedgekeurde thermometer om de temperatuur in de onmiddellijke nabijheid van de inlegplaten te meten en een drukmeter om de druk in de stoof in kPa af te lezen. De stoof moet inwendig een gelijkmatige temperatuurverdeling hebben. De inlegplaten moeten zodanig geconstrueerd zijn, dat een goede warmteoverdracht naar de droogschalen (4.1) gewaarborgd is.

4.3. Elektrisch verwarmde droogstoof, voorzien van een automatische temperatuurregeling, ingesteld op 102 ± 2 °C.

4.4. Vacuümpomp, geschikt om in de vacuümdroogstoof een inwendige druk van 5,0 kPa of minder te handhaven.

4.5. Droogbatterij voor circulatievlucht, bestaande uit twee glazen gaswasflessen gevuld met glycerol en twee glazen droogtorens gevuld met vers geactiveerde silicagel met vochtindicator.

De gaswasflessen en droogtorens worden met de vacuümdroogstoof in serie gekoppeld, waarbij de droogtorens tussen de gaswasflessen en de vacuümdroogstoof aangesloten worden.

4.6. Exsiccator, voorzien van vers geactiveerde silicagel met vochtindicator of een gelijkwaardig droogmiddel,

4.7. Analytische balans.

5. **WERKWIJZE.**

5.1. Het voorbereiden van de droogschalen. De gereinigde droogschalen (4.1) worden met deksel in droogstoof (4.3) geplaatst gedurende 1 uur bij 102 ± 2 °C. De deksels dienen naast de schaal gelegd te worden.

Plaats daarna de schalen met de bijbehorende deksels in de exsiccator (4.6). Koel tot kamertemperatuur sluit de schalen met de bijbehorende deksels en weeg tot op 0,1 mg nauwkeurig (Mo).

5.2. Inweeg.

Verwijder het deksel van de voorgedroogde schaal (5.1). Breng zo snel mogelijk 3 g analysemonster in de schaal en verdeel het gelijkmatig over de bodem. Sluit de schaal met het deksel en weeg tot 0,1 mg nauwkeurig (M2). Plaats, indien meerdere monsters afgewogen moeten worden, de gewogen schalen in de exsiccator tot dat alle monsters ingewogen zijn en in de stoof kunnen worden geplaatst.

5.3. Plaats de droogschaal met het deksel ernaast in de vacuümdroogstoof (4.2).

5.4. Sluit de stoof en breng de druk geleidelijk terug tot $5,0 \pm 0,1$ kPa (duur 2 à 2 1/2 minuten).

5.5. Laat vervolgens via de droogbatterij een luchtstroom met een snelheid van ongeveer één luchtbel per seconde in de stoof stromen.

3. **PRINCIPE.**

La masse résiduelle de la prise d'essai est déterminée après séchage pendant 16 heures dans une étuve à vide, à une température de 70 °C et une pression de 5,0 kPa et calculée en pourcentage de la masse de l'échantillon.

4. **APPAREILLAGE.**

4.1. Capsules de pesée, à fond plat, résistant à l'attaque de l'échantillon et aux conditions d'essai, ayant environ 50 mm de diamètre et 30 mm de haut et munies de couvercles hermétiques. Des capsules en aluminium et acier inoxydable conviennent.

4.2. Etuve à vide, à chauffage électrique, à température réglée par un thermostat à 70 ± 1 °C, munie d'un thermomètre de précision agréé à 70 °C, indiquant la température au voisinage du plateau et d'une jauge indiquant la pression interne en kPa. La température interne de cette étuve doit être uniforme. Les plateaux doivent être construits et montés de façon à assurer une bonne transmission de la chaleur aux capsules (4.1).

4.3. Etuve sèche à chauffage électrique, à température réglée par un thermostat à 102 ± 2 °C.

4.4. Pompe à vide permettant l'obtention dans l'étuve à vide (point 4.2) d'une pression d'au plus 5,0 kPa.

4.5. Système de séchage constitué de deux fiocons de lavage en verre remplis de glycérol de manière à former des bulles et deux colonnes de séchage en verre remplies de gel de silice fraîchement activé avec un indicateur d'humidité.

Le système de barbotage et le système de séchage sont reliés en série avec l'étuve à vide (4.2), les colonnes de séchage étant placées entre l'étuve et le système de barbotage.

4.6. Dessiccateur, garni de gel de silice fraîchement activé (ou d'un dessiccatif équivalent) et muni d'un indicateur d'humidité.

4.7. Balance analytique.

5. **MODE OPERATOIRE.**

5.1. Préparation des capsules.

Placer les capsules et leurs couvercles, propres, séchés et vides (4.1) dans une étuve à vide (4.3) réglée à 102 ± 2 °C pendant une heure. Les couvercles doivent être placés à côté des capsules.

Sortir les capsules et les couvercles de l'étuve et les placer dans un dessiccateur (4.6). Laisser refroidir et peser la capsule avec son couvercle à 0,1 mg près (Mo).

5.2. Prise d'essai.

Enlever le couvercle de la capsule préparée (5.1). Introduire aussi rapidement que possible environ 3 g d'échantillon dans la capsule et le répartir uniformément au fond. Recouvrir la capsule de son couvercle et peser l'ensemble à 0,1 mg près (M2). Si l'on doit effectuer plus d'une pesée, placer les capsules recouvertes dans le dessiccateur jusqu'à ce que tous les échantillons aient été pesés et soient prêts à être placés dans l'étuve.

5.3. Placer la capsule et son couvercle dans l'étuve à vide, séparément (4.2).

5.4. Fermer l'étuve et réduire lentement la pression (au moins 2 à 2 minutes et demie) jusqu'à $5,0 \pm 0,1$ kPa.

5.5. Laisser l'air sec pénétrer lentement dans l'étuve à travers le système de colonnes et de barbotage (4.5) au rythme d'environ une bulle par seconde dans le liquide du système de barbotage.

5.6. Droog gedurende 16 ± 0,5 uren op 70 °C ± 1 °C, waarbij de luchtstroom constant gehouden wordt.

Schakel na beëindiging van de droogperiode de vacuüm-pomp uit en verhoog langzaam de druk in de stoof tot normaal (duur 2 à 3 minuten). Breng de droog-schalen na het afsluiten met de bijpassende deksels over in de exsiccator (4.6) en laat afkoelen tot kamer-temperatuur.

5.8. Weeg de gesloten droog-schaal met inhoud tot 0,1 mg nauwkeurig (M1).

6. WEERGAVE VAN DE RESULTATEN.

6.1. Formule en methode van berekening.

Het gehalte aan droge stof, uitgedrukt in massaprocenten van het monster wordt berekend met de volgende formule :

$$\frac{M1 - Mo}{M2 - Mo} \times 100$$

Waarin :

Mo = de massa van de schaal + deksel in g;

M1 = de massa van schaal + deksel + ingewogen monster na het drogen in g;

M2 = de massa van schaal + deksel + ingewogen monster voor het drogen in g;

Het resultaat van de analyse dient het gemiddelde te zijn van twee bepalingen, welke voldoen aan de eisen van de herhaalbaarheid (6.2.).

6.2. Herhaalbaarheid.

Het verschil tussen resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of wel met korte tussentijd uitgevoerd door dezelfde analist in hetzelfde monster en in dezelfde omstandigheden mag niet meer bedragen dan 0,06 g droge stof per 100 g produkt.

B. Extracten onder vloeibare of pasta-achtige vorm.

1. DOEL EN TOEPASSINGSGBIED.

Dit voorschrift beschrijft een methode voor het bepalen van het gehalte aan droge stof in :

- vloeibaar koffie-extract,
- vloeibaar cichorei-extract,
- koffie-extractpasta,
- cichorei-extractpasta,
- cafeinevrije koffie-extract.

2. DEFINITIE.

Het gehalte aan droge stof is het gehalte aan droge stof bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. BEGINSSEL.

Het analysemonster wordt gemengd met zeezand en vervolgens gedroogd in een vacuümdroogstof bij een temperatuur van 70 °C en een druk van 5 kPa. Het verkregen residu wordt bepaald en berekend als massa-percentage van het monster.

4. REAGENTIA.

Zeezand, gewassen met zoutzuur en vervolgens met water tot zuurvrij gewassen en daarna gegloeid.

5. APPARATEN.

5.1. Droog-schalen, diameter 80 mm, met vlakke bodem en een goed sluitend deksel, bestendig tegen de inwerking van het analysemonster onder de omstandigheden van de analyse.

5.6. Sécher dans l'étuve à vide à 70 ± 1 °C pendant 16 ± ½ heures en maintenant constant le courant d'air.

5.7. A la fin de la période de séchage, arrêter la pompe à vide et laisser l'air entrer lentement dans l'étuve (2 à 3 minutes). Replacer le couvercle sur la capsule correspondante; introduire la capsule couverte dans le dessiccateur (4.6) et laisser refroidir à température ambiante.

5.8. Peser à 0,1 mg près la capsule munie de son couvercle et son contenu (M1).

6. EXPRESSION DES RESULTATS.

6.1. Formule et mode de calcul.

La teneur en matière sèche calculée en pourcentage de la masse de l'échantillon-préparé, est donnée par :

où :

Mo = masse de la capsule + couvercle séché, en g;

M1 = masse de la capsule + couvercle + la prise d'essai après séchage, en g;

M2 = masse de la capsule + couvercle + la prise d'essai avant séchage, en g.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des résultats des deux déterminations, en s'assurant que la répétabilité (6.2) est satisfaisante.

6.2. Répétabilité.

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou immédiatement l'une après l'autre sur le même échantillon, par le même analyste et dans les mêmes conditions, ne doit pas excéder 0,06 g par 100 g d'échantillon.

B. Extraits sous forme liquide ou pâteuse.

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION.

Cette méthode permet de déterminer la teneur en matière sèche de :

- extrait de café liquide,
- extrait de chicorée liquide,
- extrait de café en pâte,
- extrait de chicorée en pâte,
- extrait de café décaféiné.

2. DEFINITION.

Teneur en matière sèche : teneur en matière sèche telle qu'elle est déterminée par cette méthode.

3. PRINCIPE.

Des prises d'essai d'échantillons sont mélangées à du sable de mer, puis séchées pendant 16 heures dans une étuve à vide à une température de 70 °C et une pression de 5 kPa. La masse résiduelle est calculée en pourcentage de la masse de l'échantillon.

4. REACTIFS.

Sable de mer, lavé dans de l'acide puis de l'eau jusqu'à élimination de l'acide, puis calciné.

5. APPAREILLAGE.

5.1. Capsules de pesée, à fond plat, résistant à l'attaque de l'échantillon et aux conditions d'essai, ayant environ 80 mm de diamètre et munies de couvercles hermétiques.

- 5.2. Glasstaafjes, van een zodanige lengte dat zij geheel in de droogschalen (5.1.) passen, bij voorbeeld van 50 tot 75 mm lengte.
- 5.3. Elektrisch verwarmde vacuümdroogstoof, voorzien van een automatische temperatuurregeling, ingesteld op $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, een nauwkeurige op $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ goedgekeurde thermometer om de temperatuur in de onmiddellijke nabijheid van de inlegplaten te meten en een drukmeter om de druk in de stoof in kPa af te lezen. De stoof moet inwendig een gelijkmatige temperatuurverdeling hebben. De inlegplaten moeten zodanig geconstrueerd zijn, dat een goede warmteoverdracht naar de droogschalen (5.1), gewaarborgd is.
- 5.4. Vacuümpomp, geschikt om in de vacuümdroogstoof een inwendige druk van 5,0 kPa of minder te handhaven.
- 5.5. Droogbatterij voor circulatielucht, bestaande uit twee glazen gaswasflessen, gevuld met glycerol en twee glazen droogtorens gevuld met vers geactiveerde silicagel met vochtindicator.
- De gaswasflessen en de droogtorens worden met de vacuümdroogstoof in serie gekoppeld, waarbij de droogtorens tussen de gaswasflessen en de vacuümdroogstoof aangesloten worden.
- 5.6. Exsiccator, voorzien van vers geactiveerde silicagel met vochtindicator of een gelijkwaardig droogmiddel.
- 5.7. Analytische balans.
- 5.8. Waterbad, kokend.
6. WERKWIJZE.
- 6.1. Het voorbereiden van de droogschalen.
Breng 25 tot 35 g zeezand (4) en de glasstaaf (5.2) in de droogschaal (5.1) en weeg met het bijbehorende deksel. Plaats het geheel nu in de vacuümdroogstoof (5.3).
Het deksel dient naast de schaal gelegd te worden.
Breng na een half uur de schalen met inhoud en deksel over in de exsiccator (5.6).
Laat afkoelen, plaats het deksel op de schaal en weeg tot op 0,1 mg nauwkeurig.
Herhaal deze bewerking totdat constant gewicht verkregen is (M₀).
- 6.2. Inweeg.
Verwijder het deksel van de voorgedroogde schaal. Breng zo snel mogelijk een hoeveelheid monster in de schaal, overeenkomend met 0,1 tot 1 g droge stof. Weeg de schaal met inhoud en deksel tot op 0,1 mg nauwkeurig (M₂).
- 6.3. Meng het monster en het zeezand zorgvuldig met de glasstaaf (5.2). Bij moeilijke vermenging kan een weinig water toegevoegd worden. Verwarm vervolgens op het kokende waterbad (5.8) onder zo nu en dan omroeren totdat een homogeen mengsel is verkregen. Indien het mengsel neiging tot klonter- of korsvorming vertoont, dient ter vermindering hiervan voortdurend geroerd te worden.
- 6.4. Plaats de schaal met inhoud en deksel ernaast in de vacuümdroogstoof (5.3).
- 6.5. Sluit de stoof en breng de druk geleidelijk terug tot $5,0 \pm 0,1\text{ kPa}$ (duur 2 à 2 1/2 minuten).
- 6.6. Laat vervolgens via de droogbatterij (5.5) een luchtstroom met een snelheid van ongeveer 1 luchtbel per seconde in de stoof stromen.
- 6.7. Droog gedurende $16 \pm 0,5$ uren op $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ waarbij de luchtstroom constant gehouden wordt.
- 5.2. Baguettes de verre dont la longueur est telle qu'elles peuvent reposer de tout leur long dans les capsules (5.1), par exemple de 50 à 75 mm de long.
- 5.3. Etuve à vide, à chauffage électrique, à température réglée par un thermostat à $70 \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, munie d'un thermomètre de précision agréé à $70\text{ }^{\circ}\text{C}$, indiquant la température au voisinage du plateau et d'une jauge indiquant la pression interne en kPa. La température interne de cette étuve doit être uniforme. Les plateaux doivent être construits et montés de façon à assurer une bonne transmission de la chaleur aux capsules (5.1).
- 5.4. Pompe à vide permettant l'obtention dans l'étuve à vide (5.3) d'une pression d'au plus 5,0 kPa.
- 5.5. Système de séchage constitué de deux flacons de lavage en verre remplis de glycérol de manière à former des bulles et deux colonnes de séchage en verre remplies de gel de silice fraîchement activé avec un indicateur d'humidité.
Le système de barbotage et le système de séchage sont reliés en série avec l'étuve à vide (5.3), les colonnes de séchage étant placées entre l'étuve et le système de barbotage.
- 5.6. Dessiccateur, garni de gel de silice fraîchement activé (ou d'un dessiccatif équivalent) et muni d'un indicateur d'humidité.
- 5.7. Balance analytique.
- 5.8. Bain d'eau, bouillant.
6. MODE OPERATOIRE.
- 6.1. Préparation de la capsule de pesée.
Placer 25 à 35 g de sable de mer (4) dans une capsule de pesée (5.1) avec une baguette de verre (5.2) et peser. Introduire la capsule avec le sable de mer, son couvercle et la baguette dans l'étuve à vide (5.3).
Le couvercle doit être posé à côté de la capsule.
Retirer, après une demi-heure, la capsule et son contenu, ainsi que son couvercle, de l'étuve et l'introduire dans un dessiccateur (5.6).
Laisser refroidir et peser la capsule, son contenu et son couvercle à 0,1 mg près.
Répéter jusqu'à obtention d'un poids constant (M₀).
- 6.2. Prise d'essai.
Enlever le couvercle de la capsule préparée (6.1). Introduire (aussi rapidement que possible) une portion d'échantillon contenant de la matière sèche correspondant à 0,1 à 1 g. Peser à 0,1 mg près la capsule, son contenu et la prise d'essai, et son couvercle (M₂).
- 6.3. Mélanger soigneusement le sable de mer et l'échantillon avec la baguette de verre (5.2). Si le mélange n'est pas bien effectué, ajouter un peu d'eau pour faciliter l'opération. Réchauffer au bain d'eau (5.8) en agitant de temps en temps jusqu'à obtention d'un mélange sableux parfaitement homogène. Si le mélange tend à s'agglomérer ou à former une croûte, remuer ou fractionner constamment afin de prévenir toute agglomération.
- 6.4. Introduire la capsule munie de son couvercle dans l'étuve à vide, séparément (5.3).
- 6.5. Fermer l'étuve et réduire lentement la pression (au moins 2 à 2 minutes et demie) jusqu'à $5,0 \pm 0,1\text{ kPa}$.
- 6.6. Laisser l'air sec pénétrer lentement dans l'étuve à travers le système de colonnes et de barbotage (5.5) au rythme d'environ une bulle par seconde dans le liquide du système de barbotage.
- 6.7. Sécher dans l'étuve à vide à $70 \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant $16 \pm 1/2$ heures en maintenant constant le courant d'air.

6.8. Schakel na beëindiging van de droogperiode de vacuumpomp uit en verhoog langzaam de druk in de stoof tot normaal (2 à 3 minuten). Breng de droogschalen na afsluiten met het bijpassende deksel over in de exsiccator (5.6) en laat afkoelen tot kamertemperatuur.

6.9. Weeg de gesloten droogschaal met inhoud tot op 0,1 mg nauwkeurig (M1).

7. WEERGAVE VAN DE RESULTATEN.

7.1. Formule en methode van berekening
Het gehalte aan droge stof, uitgedrukt in massaprocenten van het monster, wordt berekend met de volgende formule :

$$\frac{M1 - Mo}{M2 - Mo} \times 100$$

waarin :

Mo = de massa van de schaal + glasstaaf + deksel in g;

M1 = de massa van de schaal + glasstaaf + deksel + analysemonster na het drogen in g;

M2 = de massa van de schaal + glasstaaf + deksel + analysemonster voor het drogen in g.

Het resultaat van de analyse dient het gemiddelde te zijn van twee bepalingen, welke voldoen aan de eisen van de herhaalbaarheid (7.2).

7.2. Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd door dezelfde analist in hetzelfde monster en in dezelfde omstandigheden mag niet meer bedragen dan 0,06 g droge stof per 100 g produkt.

Ons bekend om te worden gevoegd bij ons besluit van 3 juni 1982.

BOUDEWIJN

Van Koningswege :
De Minister van Sociale Zaken,
J.-L. DEHAENE

De Staatssecretaris voor Volksgezondheid en Leefmilieu,
F. AERTS

MINISTERIE VAN VOLKSGEZONDHEID
EN VAN HET GEZIN
EN MINISTERIE VAN TEWERKSTELLING EN ARBEID

N. 82 — 1044

26 APRIL 1982. — Ministerieel besluit tot wijziging van het ministerieel besluit van 24 april 1964 betreffende de goedkeuring van een type van toestellen die radioactieve stoffen bevatten, bij toepassing van artikel 3.1.d/2 van het koninklijk besluit van 28 februari 1963 houdende algemeen reglement op de bescherming van de bevolking en van de werknemers tegen het gevaar van de ioniserende stralingen

De Minister van Tewerkstelling en Arbeid,
De Minister van Sociale Zaken,
De Staatssecretaris voor Volksgezondheid en Leefmilieu,

Gelet op de wet van 29 maart 1958 betreffende de bescherming van de bevolking tegen de uit ioniserende stralingen voortvloeiende gevaren, gewijzigd bij de wetten van 29 mei 1963 en 3 december 1969;

Gelet op het koninklijk besluit van 28 februari 1963 houdende algemeen reglement op de bescherming van de bevolking en van de werknemers tegen het gevaar van de ioniserende stralingen, gewijzigd bij de koninklijke besluiten van 17 mei 1966, 22 mei 1967, 23 december 1970, 23 mei 1972 en 24 mei 1977;

6.8. A la fin de la période de séchage, arrêter la pompe à vide et laisser l'air entrer lentement dans l'étuve (2 à 3 minutes). Replacer le couvercle sur la capsule correspondante et introduire la capsule couverte dans le dessiccateur (5.6) et laisser refroidir à température ambiante.

6.9. Peser à 0,1 mg près la capsule munie de son couvercle et son contenu (M1).

7. EXPRESSION DES RESULTATS

7.1. Formule et mode de calcul :
La teneur en matière sèche calculée en pourcentage de la masse de l'échantillon préparé, est donnée par :

où :

Mo = masse de la capsule + baguette de verre + couvercle séché, en g;

M1 = masse de la capsule + baguette de verre + couvercle + la prise d'essai après séchage, en g;

M2 = masse de la capsule + baguette de verre + couvercle + la prise d'essai avant séchage, en g.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des résultats de deux déterminations, en s'assurant que la répétabilité (7.2) est satisfaisante.

7.2. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou immédiatement l'une après l'autre sur le même échantillon, par le même analyste et dans les mêmes conditions, ne doit pas excéder 0,06 g par 100 g d'échantillon.

Vu pour être annexé à Notre arrêté du 3 juin 1982.

BAUDOIN

Par le Roi :
Le Ministre des Affaires sociales,
J.-L. DEHAENE

Le Secrétaire d'Etat à la Santé publique et à l'Environnement,
F. AERTS

MINISTÈRE DE LA SANTÉ PUBLIQUE
ET DE LA FAMILLE
ET MINISTÈRE DE L'EMPLOI ET DU TRAVAIL

F. 82 — 1044

26 AVRIL 1982. — Arrêté ministériel modifiant l'arrêté ministériel du 24 avril 1964 relatif à l'approbation d'un type d'appareils contenant des substances radioactives, pris en application de l'article 3.1.d/2 de l'arrêté royal du 28 février 1963 portant règlement général de la protection de la population et des travailleurs contre le danger des radiations ionisantes

Le Ministre de l'Emploi et du Travail,
Le Ministre des Affaires sociales,
Le Secrétaire d'Etat à la Santé publique et à l'Environnement,

Vu la loi du 29 mars 1958 relative à la protection de la population contre les dangers résultant des radiations ionisantes, modifiée par les lois du 29 mai 1963 et du 3 décembre 1969;

Vu l'arrêté royal du 28 février 1963 portant règlement général de la protection de la population et des travailleurs contre le danger des radiations ionisantes, modifié par les arrêtés royaux des 17 mai 1966, 22 mai 1967, 23 décembre 1970, 23 mai 1972 et 24 mai 1977;