Publikatieblad

van de Europese Gemeenschappen

16 jaargang nr. L 83

30 maart 1973

Uitgave in de Nederlandse taal

Wetgeving

Inhoud

I *Besluiten waarvan de publikatie voorwaarde is voor de toepassing*

.....

II *Besluiten waarvan de publikatie niet voorwaarde is voor de toepassing*

Raad

73/44/EEG:

Richtlijn van de Raad van 26 februari 1973 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der Lid-Staten inzake de kwantitatieve analyse van ternaire mengsels van textielvezels 1

73/45/Euratom:

Besluit van de Raad van 8 maart 1973 tot wijziging van de Statuten van het Voorzieningsagentschap van Euratom ten gevolge van de toetreding van nieuwe Lid-Staten tot de Gemeenschap 20

Commissie

73/46/EEG:

Vierde richtlijn van de Commissie van 5 december 1972 houdende vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders.... 21

73/47/EEG:

Richtlijn van de Commissie van 5 december 1972 houdende wijziging van de tweede richtlijn van de Commissie van 18 november 1971 betreffende de vaststelling van de gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders.... 35

73/48/EGKS:

Beschikking van de Commissie van 4 januari 1973 tot verlenging van de goedkeuring van twee bijzondere tarieven voor het vervoer per spoor van Lotharings ijzererts naar België en Luxemburg 36

73/49/EGKS:

Beschikking van de Commissie van 4 januari 1973 houdende goedkeuring van drie bijzondere tarieven voor het vervoer per spoor van Westfrans ijzererts naar België, Luxemburg en Saarland 38

(Vervolg z.o.z.)

Inhoud (vervolg)

73/50/EEG:

Beschikking van de Commissie van 8 februari 1973 tot toepassing van het bepaalde in artikel 3, lid 2, sub a), van Verordening (EEG) nr. 142/69 op twee Italiaanse suikerondernemingen 40

73/51/EEG:

Beschikking van de Commissie van 8 februari 1973 tot wijziging van de beschikking van de Commissie van 22 december 1972 houdende machtiging voor de Bondsrepubliek Duitsland tot de verkoop van boter tegen verlaagde prijs in de vorm van boterconcentraat 41

73/52/EEG:

Beschikking van de Commissie van 21 februari 1973 om geen gevolg te geven aan de drieëntwintigste openbare deelinschrijving voor witte suiker gehouden in het kader van de permanente openbare inschrijving als bedoeld in Verordening (EEG) nr. 1897/72 42

73/53/EEG:

Beschikking van de Commissie van 26 februari 1973 betreffende de door de Lid-Staten toe te passen beschermende maatregelen tegen de blaasjesziekte bij varkens 43

II

(Besluiten waarvan de publikatie niet voorwaarde is voor de toepassing)

RAAD

RICHTLIJN VAN DE RAAD

van 26 februari 1973

betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der Lid-Staten inzake de kwantitatieve analyse van ternaire mengsels van textielvezels

(73/44/EEG)

DE RAAD VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap, inzonderheid op artikel 100,

Gezien het voorstel van de Commissie,

Overwegende dat de richtlijn van de Raad van 26 juli 1971 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der Lid-Staten inzake textielbenamingen [1], voorschriften ten aanzien van de etikettering bevat die zijn gebaseerd op de vezelsamenstelling van de textielprodukten;

Overwegende dat bij de officiële controles in de Lid-Staten uniforme methoden moeten worden toegepast om de vezelsamenstelling van de textielprodukten te bepalen, zowel wat de voorbehandeling van het monster als wat de kwantitatieve analyse betreft;

Overwegende dat in artikel 13 van bovengenoemde richtlijn van de Raad is bepaald dat bij bijzondere richtlijnen de voor alle Lid-Staten geldende methoden zullen worden voorgeschreven voor het trekken van monsters en het verrichten van analyses ter bepaling van de vezelsamenstelling der produkten; dat de Raad derhalve in zijn richtlijn d.d. 17 juli 1972 betreffende de aanpassing van de wetgevingen van de Lid-Staten inzake bepaalde methoden voor de kwantitatieve analyse van binaire mengsels van textielvezels [2], voorschriften heeft aangenomen betreffende het gereedmaken van gereduceerde monsters en van analysemonsters, welke van toepassing zijn op ternaire mengsels van textielvezels;

Overwegende dat de onderhavige richtlijn tot doel heeft de voorschriften vast te leggen met betrekking tot de kwantitatieve analyse van ternaire mengsels van textielvezels;

Overwegende dat de bijzondere methoden voor de analyse van bepaalde binaire mengsels in bovengenoemde richtlijn van 17 juli 1972 nauwkeurig zijn omschreven; dat de tot dusver opgedane ervaringen het reeds nu verplicht stellen van één enkele werkwijze niet rechtvaardigen en dat bijgevolg verschillende varianten voor de selectieve oplossing van de bestanddelen moeten worden voorgesteld;

Overwegende dat echter algemene regels moeten worden opgesteld, die geldig zijn voor de analyse van alle ternaire mengsels; dat het doel van deze regels is het preciseren van de diverse methoden die kunnen worden toegepast en van de wijze van berekening voor elke variant, van het percentage der bestanddelen;

Overwegende dat de technische voorschriften snel moeten worden aangepast aan de vooruitgang der techniek; dat daartoe dient te worden voorzien in de toepassing van de procedure die is omschreven in artikel 6 van de richtlijn van 17 juli 1972,

---

[1] PB nr. L 185 van 16. 8. 1971, blz. 16.

[2] PB nr. L 173 van 31. 7. 1972, blz. 1.

HEEFT DE VOLGENDE RICHTLIJN VASTGESTELD:

Artikel 1

Deze richtlijn heeft betrekking op de kwantitatieve analyse van ternaire mengsels van textielvezels door scheiding met de hand, scheiding langs chemische weg of een combinatie van beide werkwijzen.

Artikel 2

Voor wat het gereedmaken van gereduceerde monsters en van analysemonsters betreft, zijn de voorschriften, voorkomend in bijlage I van de richtlijn van de Raad d.d. 17 juli 1972 betreffende de aanpassing van de wetgevingen van de Lid-Staten inzake bepaalde methoden voor de kwantitatieve analyse van binaire mengsels van textielvezels, van toepassing.

Artikel 3

De Lid-Staten nemen alle dienstige maatregelen opdat de bepalingen die in bijlage I van de onderhavige richtlijn en in bijlage I van de in artikel 2 bedoelde richtlijn voorkomen worden nageleefd bij de officiële controles met het oog op de bepaling van de samenstelling van textielprodukten die bestaan uit een ternair mengsel van textielvezels en die op de markt worden gebracht overeenkomstig de bepalingen van de richtlijn van de Raad van 26 juli 1971 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der Lid-Staten inzake textielbenamingen.

Artikel 4

Het laboratorium dat is belast met de controles op de ternaire mengsels vermeldt in zijn analyserapport alle gegevens die in punt V van bijlage I zijn opgesomd.

Artikel 5

De wijzigingen waartoe de aanpassing aan de technische vooruitgang van de voorschriften van de bijlagen I, II en III noodzaakt, worden vastgesteld overeenkomstig de procedure als bedoeld in artikel 6 van de richtlijn van 17 juli 1972.

Artikel 6

1. Binnen achttien maanden na kennisgeving van deze richtlijn treffen de Lid-Staten de nodige maatregelen om aan het bepaalde in deze richtlijn te voldoen. Zij stellen de Commissie hiervan onverwijld in kennis.

2. De Lid-Staten zien erop toe dat de tekst van alle belangrijke nationale wettelijke bepalingen die zij aannemen op het gebied waarop deze richtlijn van toepassing is, ter kennis van de Commissie wordt gebracht.

Artikel 7

Deze richtlijn is gericht tot de Lid-Staten.

Gedaan te Brussel, 26 februari 1973.

Voor de Raad

De Voorzitter

E. GLINNE

BIJLAGE I

KWANTITATIEVE ANALYSE VAN TERNAIRE MENGSELS VAN TEXTIELVEZELS

ALGEMEEN

Inleiding

De methoden voor de kwantitatieve analyse van mengsels van textielvezels zijn gebaseerd op twee procédés: scheiding met de hand en scheiding langs chemische weg.

Scheiding met de hand moet telkens als het mogelijk is worden toegepast, daar dit procédé meestal nauwkeuriger resultaten oplevert dan scheiding langs chemische weg. Deze werkwijze is bruikbaar voor alle textielprodukten waarin de samenstellende vezels niet innig met elkaar zijn verbonden, zoals bijvoorbeeld garens die zijn samengesteld uit verschillende bestanddelen, waarvan elk uit één soort vezel bestaat, of weefsels waarvan de schering van een andere vezelsoort is gemaakt dan de inslag, of inslagbreisels die uit verschillende soorten garens zijn samengesteld.

Kwantitatieve chemische analyse van gemengde textielvezels is in de regel gebaseerd op de selectieve oplosbaarheid van de afzonderlijke bestanddelen van het mengsel. Er zijn vier varianten mogelijk:

1. Er wordt gewerkt met twee verschillende analysemonsters; een bestanddeel (a) van het eerste monster en een ander bestanddeel (b) van het tweede monster worden opgelost. De onoplosbare residu's van elk monster worden gewogen en het percentage van ieder van de twee oplosbare bestanddelen wordt berekend aan de hand van de respectieve gewichtsverliezen. Het percentage van het derde bestanddeel (c) wordt verkregen door het verschil.

2. Er wordt gewerkt met twee verschillende analysemonsters; een bestanddeel (a) van het eerste monster en twee bestanddelen (a en b) van het tweede monster worden opgelost. Het onoplosbare residu van het eerste monster wordt gewogen en het percentage van bestanddeel (a) wordt berekend aan de hand van het gewichtsverlies. Het onoplosbare residu van het tweede monster wordt gewogen; het komt overeen met bestanddeel (c). Het percentage van het derde bestanddeel (b) wordt verkregen door het verschil.

3. Er wordt gewerkt met twee verschillende analysemonsters; twee bestanddelen (a en b) van het eerste monster en twee bestanddelen (b en c) van het tweede monster worden opgelost. De onoplosbare residu's komen respectievelijk overeen met de bestanddelen (c) en (a). Het percentage van het derde bestanddeel (b) wordt verkregen door het verschil.

4. Er wordt gewerkt met een enkel analysemonster. Na verwijdering van een der bestanddelen wordt het onoplosbare residu van de overige twee vezelsoorten gewogen en het percentage van het oplosbare bestanddeel wordt berekend aan de hand van het gewichtsverlies. Uit het residu wordt door oplossing een van de beide vezelsoorten verwijderd. Het onoplosbare bestanddeel wordt gewogen en het percentage van het tweede oplosbare bestanddeel wordt berekend aan de hand van het gewichtsverlies.

Indien een keuze mogelijk is, is het aanbevelenswaard een van de eerste drie varianten te gebruiken.

De analist moet erop toezien dat bij chemische analyse methoden worden toegepast waarbij oplosmiddelen zijn voorgeschreven die slechts de gewenste vezel(s) oplossen, terwijl de andere vezel(s) onopgelost blijft (blijven).

Bij wijze van voorbeeld is in bijlage III een tabel opgenomen met een aantal ternaire mengsels, alsmede de analysemethoden voor binaire mengsels die in principe voor de analyse van deze ternaire mengsels kunnen worden gebruikt.

Om de kans op fouten zo klein mogelijk te houden, verdient het aanbeveling de chemische analyse zoveel mogelijk volgens ten minste twee van de vier hierboven vermelde varianten uit te voeren.

Vezelmengsels die bij de vervaardiging van textielprodukten worden gebruikt en in mindere mate die welke voorkomen in de eindprodukten, kunnen niet-vezelachtige bestanddelen zoals vetten, wassoorten, apprets of in water oplosbare stoffen bevatten die van natuurlijke oorsprong kunnen zijn, dan wel ter vergemakkelijking van de vervaardiging kunnen zijn toegevoegd. Deze niet-vezelachtige bestanddelen moeten vóór de analyse worden verwijderd. Daarom wordt ook een voorbehandelingsmethode beschreven waarmede in de meeste gevallen oliën, vetten, wassoorten en in water oplosbare stoffen kunnen worden verwijderd.

Voorts kunnen textielprodukten harsen of andere toegevoegde stoffen bevatten ten einde speciale eigenschappen aan deze produkten te verlenen. Dergelijke stoffen, in uitzonderingsgevallen met inbegrip van kleurstoffen, kunnen de inwerking van het reactiemiddel op de oplosbare bestanddelen wijzigen en verder geheel of gedeeltelijk door deze reactiemiddelen worden geëlimineerd. Deze toevoegingen kunnen derhalve tot fouten aanleiding geven en moeten vóór de analyse van het monster worden verwijderd. Indien deze verwijdering onmogelijk is, kunnen de methodes voor kwantitatieve chemische analyse die in bijlage III zijn beschreven niet meer worden toegepast.

De in de geverfde vezels aanwezige kleurstof wordt als een integrerend deel van de vezel beschouwd en wordt niet verwijderd.

De analyses worden verricht op basis van het drooggewicht en een werkwijze wordt aangegeven om dit te bepalen.

Het resultaat wordt verkregen door op het drooggewicht van elke vezel de reprisepercentages toe te passen die zijn aangegeven in bijlage II bij de richtlijn betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der Lid-Staten inzake textielbenamingen.

De in het mengsel aanwezige vezels moeten vóór de analyse worden geïdentificeerd. Bij sommige chemische methodes kan het onoplosbare bestanddeel van een mengsel gedeeltelijk oplosbaar worden gemaakt door het reactiemiddel dat gebruikt wordt voor het oplossen van het oplosbare bestanddeel (de oplosbare bestanddelen). Zo mogelijk zijn reactiemiddelen gekozen die slechts een gering of geen enkel effect hebben op de onoplosbare vezelbestanddelen. Wanneer men weet dat er bij de analyse gewichtsverlies optreedt, moeten de resultaten dienovereenkomstig worden gecorrigeerd; hiertoe zijn correctiefactoren aangegeven. Deze factoren zijn in verschillende laboratoria bepaald door de bij de voorbehandeling gereinigde vezels met het reactiemiddel overeenkomstig de analysemethode te behandelen. Deze correctiefactoren gelden slechts voor normale vezels, zodat verdere correctiefactoren nodig kunnen zijn wanneer de vezels vóór of gedurende de behandeling zijn aangetast. Indien variant 4 moet worden toegepast, waarbij een textielvezel wordt onderworpen aan de opeenvolgende inwerking van twee verschillende oplosmiddelen, dienen correctiefactoren te worden toegepast, rekening houdend met de eventuele gewichtsverliezen die de vezel bij de twee behandelingen heeft ondergaan.

Men dient de bepaling ten minste in tweevoud te verrichten, zowel bij scheiding met de hand als bij scheiding langs chemische weg.

I. *ALGEMENE OPMERKINGEN OVER DE METHODEN VOOR KWANTITATIEVE CHEMISCHE ANALYSE VAN TERNAIRE MENGSELS VAN TEXTIELVEZELS*

Algemene aanwijzingen voor de methoden voor de kwantitatieve chemische analyse van ternaire mengsels van textielvezels.

I.1. *Toepassingsgebied*

Onder het toepassingsgebied van elke methode voor de analyse van binaire mengsels wordt vermeld op welke vezels de betreffende methode van toepassing is (zie bijlage II van de richtlijn inzake bepaalde methoden voor de kwantitatieve analyse van binaire mengsels van textielvezels).

I.2. *Principe*

Na de bestanddelen van een mengsel te hebben geïdentificeerd, worden eerst de niet-vezelachtige bestanddelen verwijderd door middel van een geschikte voorbehandeling; vervolgens past men een of meer van de vier in de inleiding beschreven varianten van het procédé voor selectieve oplossing toe. Behalve indien dit technische moeilijkheden oplevert, verdient het de voorkeur de vezels op te lossen die het grootste aandeel vormen, ten einde uiteindelijk als residu de vezelsoort over te houden die het kleinste aandeel vormt.

I.3. *Apparatuur en reagentia*

I.3.1. *Apparatuur*

I.3.1.1. Glazen filterkroezen en weegflesjes waarin de kroezen kunnen worden geplaatst of iedere andere apparatuur die identieke resultaten oplevert.

I.3.1.2. Afzuigkolf.

I.3.1.3. Exsiccator voorzien van gekleurd silicagel als indicator.

I.3.1.4. Droogstoof met ventilatie voor het drogen van de monsters bij 105 ± 3 °C.

I.3.1.5. Analysebalans, tot op 0,0002 g nauwkeurig.

I.3.1.6. Extractie-apparaat volgens Soxhlet of apparatuur waarmede een identiek resultaat kan worden bereikt.

I.3.2. *Reagentia*

I.3.2.1. Geherdistilleerde petroleumether, kookpunt tussen 40 en 60 °C.

I.3.2.2. De overige reagentia als vermeld in de overeenkomstige delen van de methode. Alle gebruikte reagentia moeten chemisch zuiver zijn.

I.3.2.3. Gedistilleerd of gedeïoniseerd water.

I.4. *Conditionerings- en analyse-atmosfeer*

Aangezien drooggewichten (droge massa's) worden bepaald, is het niet nodig de monsters te conditioneren noch de analyses in een geconditioneerde atmosfeer uit te voeren.

I.5. *Gereduceerd monster*

Men kieze een voor het globale laboratoriummonster representatief gereduceerd monster dat voldoende is om alle nodige analysemonsters van elk minstens 1 g te trekken.

I.6. *Voorbehandeling van het gereduceerd monster*

Wanneer het monster een element bevat dat buiten beschouwing blijft bij het berekenen der percentages (zie artikel 12, lid 2, sub d), van de richtlijn inzake textielbenamingen), begint men met het verwijderen daarvan door middel van een geschikte die de vezelbestanddelen niet aantast.

Met dit doel worden de niet-vezelbestanddelen, die oplosbaar zijn in petroleumether en water, verwijderd door het aan de lucht gedroogde gereduceerde monster gedurende 1 uur en met ten minste 6 cycli per uur met lichte petroleumether te behandelen in een Soxhletapparaat. De lichte petroleumether wordt daarna uit het monster verdampt, dat vervolgens wordt geëxtraheerd door een directe behandeling van het monster met water op kamertemperatuur gedurende 1 uur, gevolgd door een behandeling in water van 65 ± 5 °C onder af en toe roeren, eveneens gedurende 1 uur, bij een vlotverhouding 1/100. Het overtollige water wordt uitgeperst, afgezogen of gecentrifugeerd, waarna het monster aan de lucht wordt gedroogd.

Indien die niet-vezelbestanddelen niet kunnen worden geëxtraheerd met petroleumether en met water, dienen deze te worden verwijderd met behulp van een andere voor de verwijdering geschikte methode die geen van de vezelbestanddelen ernstig aantast. Er moet evenwel worden opgemerkt dat voor bepaalde ongebleekte natuurlijke plantaardige vezels (bijvoorbeeld jute en kokos) de normale voorbehandeling met

petroleumether en water niet alle natuurlijke niet-vezelbestanddelen verwijdert; desondanks worden geen extra voorbehandelingen toegepast wanneer het monster geen niet in petroleumether en water oplosbare apprets bevat.

In de analyserapporten moet een uitvoerige beschrijving worden gegeven van de bij de voorbehandeling gevolgde methode.

I.7. *Analysemethode*

I.7.1. *Algemene aanwijzingen*

I.7.1.1. *Drogen*

Alle droogbewerkingen worden gedurende ten minste 4 uur en ten hoogste 16 uur op 105 ± 3 °C uitgevoerd in een droogstoof met luchtcirculatie waarbij de deur gedurende de gehele droogtijd gesloten blijft. Wanneer korter dan 14 uur wordt gedroogd, moet worden gecontroleerd of het gewicht constant blijft, hetgeen bereikt wordt geacht wanneer na een nieuwe droging van 60 minuten een gewichtsverschil van minder dan 0,05 % wordt verkregen.

De filterkroezen, weegglaasjes, analysemonsters en residu's mogen tijdens het drogen, het afkoelen en het wegen niet met de blote hand worden aangeraakt.

De monsters worden gedroogd in een weegflesje met afgenomen stop. Na het drogen wordt het weegflesje afgesloten alvorens het uit de stoof wordt genomen en zo snel mogelijk in de exsiccator gebracht.

De filterkroes wordt, geplaatst in het weegflesje met afgenomen stop, in de stoof gedroogd. Na het drogen wordt het weegflesje afgesloten en zo snel mogelijk in een exsiccator geplaatst.

Bij gebruik van andere apparatuur dan de filterkroes wordt zodanig in de stoof gedroogd dat het drooggewicht der vezels zonder verlies wordt bepaald.

I.7.1.2. *Afkoelen*

Het afkoelen wordt in de exsiccator uitgevoerd die naast de balans is geplaatst en wel gedurende een tijdsduur die voldoende is om de weegflesjes volledig af te koelen; in geen geval mag de afkoelperiode minder dan twee uur bedragen.

I.7.1.3. *Wegen*

Na het afkoelen wordt het weegflesje binnen twee minuten nadat het uit de exsiccator is genomen, op 0,0002 g nauwkeurig gewogen.

I.7.2. *Werkwijze*

Uit de voorbehandelde monsters worden analysemonsters van ten minste 1 g getrokken. De draden of het weefsel worden in stukken ter lengte van ca. 10 mm gesneden, welke zoveel mogelijk uiteengerafeld worden. Het analysemonster (de analysemonsters) in een weegflesje drogen, afkoelen in een exsiccator en wegen. Het analysemonster (de analysemonsters) in een glazen fles (glazen flessen) als bedoeld in het overeenkomstige gedeelte van de communautaire methode overbrengen, onmiddellijk daarna het weegflesje (de weegflesjes) nog eens wegen en het drooggewicht van het analysemonster (de analysemonsters) berekenen door vaststelling van het verschil. De analyse voltooien als beschreven in het overeenkomstige gedeelte van de toe te passen methode. Na weging het residu microscopisch onderzoeken om na te gaan of de oplosbare vezel(s) geheel door de behandeling is (zijn) verwijderd.

I.8. *Berekening en weergave van de resultaten*

Het gewicht van ieder bestanddeel wordt uitgedrukt als een percentage van het totale gewicht van de vezels in het mengsel. De resultaten worden berekend op basis van de drooggewichten aan zuivere vezels waarop enerzijds de overeengekomen reprisepercentages en anderzijds de benodigde correctiefactoren om rekening te houden met materiaalverlies tijdens de voorbehandeling en de analyse zijn toegepast.

I.8.1. Berekening van de percentages van de drooggewichten aan zuivere vezels zonder rekening te houden met de gewichtsverliezen van de vezels tijdens de voorbehandeling.

I.8.1.1. — VARIANT 1 —

Formules die moeten worden toegepast wanneer een bestanddeel van een mengsel wordt verwijderd uit één analysemonster en een ander bestanddeel uit een tweede analysemonster:

$$P_1\% = \left[\frac{d_2}{d_1} - d_2 \times \frac{r_1}{m_1} + \frac{r_2}{m_2} \times \left(1 - \frac{d_2}{d_1}\right)\right] \times 100$$

$$P_2\% = \left[\frac{d_4}{d_3} - d_4 \times \frac{r_2}{m_2} + \frac{r_1}{m_1} \times \left(1 - \frac{d_4}{d_3}\right)\right] \times 100$$

$$P_3\% = 100 - (P_1\% + P_2\%)$$

$P_1\%$ is het percentage van het eerste, droge, zuivere bestanddeel (met behulp van het eerste reactiemiddel in het eerste monster opgelost bestanddeel)

$P_2\%$ is het percentage van het tweede droge, zuivere bestanddeel (met behulp van het tweede reactiemiddel in het tweede monster opgelost bestanddeel)

$P_3\%$ is het percentage van het derde droge, zuivere bestanddeel (in geen enkel van de twee monsters opgelost bestanddeel)

m_1 is het drooggewicht van het eerste monster na voorbehandeling

m_2 is het drooggewicht van het tweede monster na voorbehandeling

r_1 is het drooggewicht van het residu na verwijdering van het eerste bestanddeel uit het eerste monster met behulp van het eerste reactiemiddel

r_2 is het drooggewicht van het residu na verwijdering van het tweede bestanddeel uit het tweede monster met behulp van het tweede reactiemiddel

d_1 is de correctiefactor voor het gewichtsverlies ten gevolge van de inwerking van het eerste reactiemiddel, van het tweede bestanddeel dat niet in het eerste monster werd opgelost (1)

d_2 is de correctiefactor voor het gewichtsverlies ten gevolge van de inwerking van het eerste reactiemiddel, van het derde bestanddeel dat niet in het eerste monster werd opgelost (1)

d_3 is de correctiefactor voor het gewichtsverlies, ten gevolge van de inwerking van het tweede reactiemiddel, van het eerste bestanddeel dat niet in het tweede monster werd opgelost (1)

d_4 is de correctiefactor voor het gewichtsverlies, ten gevolge van de inwerking van het tweede reactiemiddel, van het derde bestanddeel dat niet in het tweede monster werd opgelost (1)

I.8.1.2. — VARIANT 2 —

Toe te passen formules wanneer bij een proef een bestanddeel (a) van het eerste analysemonster verwijderd wordt, terwijl de beide andere bestanddelen (b + c) als residu behouden worden, en bij een andere proef twee bestanddelen (a + b) van het tweede analysemonster verwijderd worden, terwijl de derde component (c) als residu behouden wordt.

$$P_1\% = 100 - (P_2\% + P_3\%)$$

$$P_2\% = 100 \times \frac{d_1\, r_1}{m_1} - \frac{d_1}{d_2} \times P_3\%$$

$$P_3\% = \frac{d_4\, r_2}{m_2} \times 100$$

$P_1\%$ is het percentage van het eerste droge, zuivere bestanddeel (met behulp van het eerste reactiemiddel in het eerste monster opgeloste bestanddeel)

(1) De voor d geldende waarden zijn vermeld in de overeenkomstige gedeelten van de richtlijnen betreffende de verschillende methoden voor de analyse van binaire mengsels.

$P_2\%$ is het percentage van het tweede droge, zuivere bestanddeel (met behulp van het tweede reactiemiddel samen met het eerste bestanddeel in het tweede monster opgelost bestanddeel)

$P_3\%$ is het percentage van het derde droge, zuivere bestanddeel (in geen enkel van de twee monsters opgelost bestanddeel)

m_1 is het drooggewicht van het eerste monster na voorbehandeling

m_2 is het drooggewicht van het tweede monster na voorbehandeling

r_1 is het drooggewicht van het residu na verwijdering van het eerste bestanddeel uit het eerste monster met behulp van het eerste reactiemiddel

r_2 is het drooggewicht van het residu na verwijdering van het eerste en tweede bestanddeel uit het tweede monster met behulp van het tweede reactiemiddel

d_1 is de correctiefactor voor het gewichtsverlies, ten gevolge van de inwerking van het eerste reactiemiddel, van het tweede bestanddeel dat niet in het eerste monster werd opgelost (1)

d_2 is de correctiefactor voor het gewichtsverlies, ten gevolge van de inwerking van het eerste reactiemiddel, van het derde bestanddeel dat niet in het eerste monster werd opgelost (1)

d_4 is de correctiefactor voor het gewichtsverlies, ten gevolge van de inwerking van het tweede reactiemiddel, van het derde bestanddeel dat niet in het tweede monster werd opgelost (1)

I.8.1.3. — VARIANT 3 —

Toe te passen formules wanneer bij een proef twee bestanddelen (a + b) verwijderd worden, terwijl het derde bestanddeel (c) als residu behouden wordt, en bij een andere proef twee bestanddelen (b + c) verwijderd worden, terwijl het eerste bestanddeel (a) als residu behouden wordt.

$$P_1\% = \frac{d_3\ r_2}{m_2} \times 100$$

$$P_2\% = 100 - (P_1\% + P_3\%)$$

$$P_3\% = \frac{d_2\ r_1}{m_1} \times 100$$

$P_1\%$ is het percentage van het eerste droge, zuivere bestanddeel (met behulp van het eerste reactiemiddel in het eerste monster opgelost bestanddeel)

$P_2\%$ is het percentage van het tweede droge, zuivere bestanddeel (met behulp van het eerste reactiemiddel in het eerste monster en met behulp van het tweede reactiemiddel in het tweede monster opgelost bestanddeel)

$P_3\%$ is het percentage van het derde droge, zuivere bestanddeel (met behulp van het tweede reactiemiddel in het tweede monster opgelost bestanddeel)

m_1 is het drooggewicht van het eerste monster na voorbehandeling

m_2 is het drooggewicht van het tweede monster na voorbehandeling

r_1 is het drooggewicht van het residu na verwijdering van het eerste en tweede bestanddeel uit het tweede monster met behulp van het tweede reactiemiddel

r_2 is het drooggewicht van het residu na verwijdering van het tweede en derde bestanddeel uit het tweede monster met behulp van het tweede reactiemiddel

d_2 is de correctiefactor voor het gewichtsverlies, ten gevolge van de inwerking van het eerste reactiemiddel, van het derde bestanddeel dat niet in het eerste monster werd opgelost (1)

(1) De voor d geldende waarden zijn vermeld in de overeenkomstige gedeelten van de richtlijnen betreffende de verschillende methoden voor de analyse van binaire mengsels.

d_3 is de correctiefactor voor het gewichtsverlies, ten gevolge van de inwerking van het tweede reactiemiddel, van het eerste bestanddeel dat niet in het tweede monster werd opgelost (1)

I.8.1.4. — VARIANT 4 —

Toe te passen formules wanneer achtereenvolgens twee bestanddelen van het mengsel met behulp van hetzelfde analysemonster worden geëxtraheerd:

$$P_1\% = 100 - (P_2\% + P_3\%)$$

$$P_2\% = \frac{d_1\, r_1}{m} \times 100 - \frac{d_1}{d_2} \times P_3\%$$

$$P_3\% = \frac{d_3\, r_2}{m} \times 100$$

$P_1\%$ is het percentage van het eerste droge, zuivere bestanddeel (eerste oplosbare bestanddeel)

$P_2\%$ is het percentage van het tweede droge, zuivere bestanddeel (tweede oplosbare bestanddeel)

$P_3\%$ is het percentage van het derde droge, zuivere bestanddeel (onoplosbare bestanddeel)

m is het drooggewicht van het monster na voorbehandeling

r_1 is het drooggewicht van het residu na verwijdering van het eerste bestanddeel met behulp van het eerste reactiemiddel

r_2 is het drooggewicht van het residu na verwijdering van het eerste en tweede bestanddeel met behulp van het eerste en het tweede reactiemiddel

d_1 is de correctiefactor voor het gewichtsverlies van het tweede bestanddeel in het eerste reactiemiddel (1)

d_2 is de correctiefactor voor het gewichtsverlies van het derde bestanddeel in het eerste reactiemiddel (1)

d_3 is de correctiefactor voor het gewichtsverlies van het derde bestanddeel in het eerste en tweede reactiemiddel (2)

I.8.2. Berekening van de percentages van elk bestanddeel na toepassing van de gebruikelijke reprisepercentages en de eventuele correctiefactoren voor gewichtsverlies tijdens de voorbehandeling:

Men krijgt:

$$A = 1 + \frac{a_1 + b_1}{100} \qquad B = 1 + \frac{a_2 + b_2}{100} \qquad C = 1 + \frac{a_3 + b_3}{100}$$

dus:

$$P_1A\% = \frac{P_1A}{P_1A + P_2B + P_3C} \times 100$$

$$P_2A\% = \frac{P_2B}{P_1A + P_2B + P_3C} \times 100$$

$$P_3A\% = \frac{P_3C}{P_1A + P_2B + P_3C} \times 100$$

$P_1A\%$ is het percentage van het eerste droge, zuivere bestanddeel, waarbij rekening is gehouden met het vochtgehalte en het gewichtsverlies tijdens de voorbehandeling

(1) De voor d geldende waarden zijn vermeld in de overeenkomstige gedeelten van de richtlijnen betreffende de verschillende methoden voor de analyse van binaire mengsels.

(2) Voor zover mogelijk moet d_3 van tevoren experimenteel worden bepaald.

P_{2A}% is het percentage van het tweede droge, zuivere bestanddeel, waarbij rekening is gehouden met het vochtgehalte en het gewichtsverlies tijdens de voorbehandeling

P_{3A}% is het percentage van het derde droge, zuivere bestanddeel, waarbij rekening is gehouden met het vochtgehalte en het gewichtsverlies tijdens de voorbehandeling

P_1 is het met behulp van een van de in punt I.8.1 aangegeven formules verkregen percentage van het eerste droge, zuivere bestanddeel

P_2 is het met behulp van een van de in punt I.8.1 aangegeven formules verkregen percentage van het tweede droge, zuivere bestanddeel

P_3 is het met behulp van een van de in punt I.8.1 aangegeven formules verkregen percentage van het derde droge, zuivere bestanddeel

a_1 is het overeengekomen reprisepercentage voor het eerste bestanddeel

a_2 is het overeengekomen reprisepercentage voor het tweede bestanddeel

a_3 is het overeengekomen reprisepercentage voor het derde bestanddeel

b_1 is het percentage van het gewichtsverlies van het eerste bestanddeel tijdens de voorbehandeling

b_2 is het percentage van het gewichtsverlies van het tweede bestanddeel tijdens de voorbehandeling

b_3 is het percentage van het gewichtsverlies van het derde bestanddeel tijdens de voorbehandeling

Ingeval een speciale voorbehandeling wordt toegepast, moeten de waarden b_1, b_2 en b_3 zo mogelijk worden bepaald door elk der zuivere samenstellende vezels de bij de analyse toegepaste voorbehandeling te doen ondergaan. Onder zuivere vezels wordt verstaan vezels ontdaan van alle niet-vezelbestanddelen, met uitzondering van die welke er normaal in aanwezig zijn (hetzij door hun aard, hetzij als gevolg van het gebruikte fabricageprocédé), in de toestand waarin zij in het te analyseren artikel voorkomen (ongebleekt, gebleekt).

Beschikt men niet over afzonderlijke en zuivere vezelbestanddelen welke bij de vervaardiging van het te analyseren produkt zijn gebruikt, dan moeten voor b_1, b_2 en b_3 de gemiddelde waarden worden aangenomen op grond van proeven op zuivere vezels overeenkomend met die welke het te analyseren mengsel bevat.

Wordt de gewone voorbehandeling, extractie met petroleumether en water, toegepast, dan kunnen de waarden b_1, b_2 en b_3 meestal worden verwaarloosd, behalve bij ongebleekte katoen-, vlas- of hennepvezels, waarbij gewoonlijk wordt aangenomen dat het verlies bij de voorbehandeling 4 % bedraagt, en bij polypropeen, waarbij dit verlies op 1 % wordt gesteld.

Bij de overige vezels is het gebruikelijk in de berekeningen het verlies bij de voorbehandeling buiten beschouwing te laten.

I.8.3. *Opmerking*

Voorbeelden van berekening zijn opgenomen in bijlage II van de onderhavige richtlijn.

II. *KWANTITATIEVE ANALYSEMETHODE DOOR SCHEIDING MET DE HAND VAN TERNAIRE TEXTIELVEZELMENGSELS*

II.1. *Toepassingsgebied*

De methode geldt voor textielvezels ongeacht hun aard, op voorwaarde dat zij niet innig met elkaar gemengd zijn en dat het mogelijk is ze met de hand te scheiden.

II.2. *Principe*

Na indentificering van de bestanddelen van het weefsel worden eerst de niet-vezelbestanddelen door een geschikte voorbehandeling verwijderd en vervolgens worden de vezels met de hand gescheiden; ze daarna laten drogen en wegen om het aandeel van elke vezel in het mengsel te bepalen.

II.3. *Apparatuur*

II.3.1. Weegflesje of iedere andere apparatuur waarmede identieke resultaten worden verkregen.

II.3.2. Exsiccator voorzien van gekleurd silicagel als indicator.

II.3.3. Droogstoof met ventilatie voor het drogen van de monsters bij 105 ± 3 °C.

II.3.4. Analysebalans tot op 0,0002 nauwkeurig.

II.3.5. Extractie-apparaat volgens Soxhlet of apparatuur waarmede identieke resultaten worden verkregen.

II.3.6. Naald

II.3.7. Twistmeter of gelijkwaardig apparaat.

II.4. *Reagentia*

II.4.1. Geherdistilleerde petroleumether, kookpunt tussen 40 en 60 °C.

II.4.2. Gedistilleerd of gedeïoniseerd water.

II.5. *Conditionerings- en analyse-atmosfeer*

Zie punt I.4.

II.6. *Gereduceerd monster*

Zie punt I.5.

II.7. *Voorbehandeling van het gereduceerd monster*

Zie punt I.6.

II.8. *Werkwijze voor de analyse*

II.8.1. *Analyse van een garen*

Van het voorbehandelde monster wordt een analysemonster met een gewicht van minstens 1 g afgenomen. Bij zeer fijne garens kan de analyse worden verricht op een monster van minstens 30 m ongeacht het gewicht.

Het garen in stukken van geschikte lengte knippen; met de naald en zo nodig met behulp van de twistmeter hieruit de bestanddelen afzonderen. Deze bestanddelen worden in gewogen weegflesjes geplaatst en gedroogd bij 105 ± 3 °C, tot het gewicht constant blijft, overeenkomstig I.7.1 en I.7.2.

II.8.2. *Analyse van een weefsel*

Van het voorbehandelde monster een analysemonster van ten minste 1 g buiten de zelfkant nemen, de randen nauwkeurig afsnijden, zonder rafels, evenwijdig met de schering- of inslagdraden of, bij materiaal vervaardigd met naalden evenwijdig met de steekrijen. De garens van verschillende aard afzonderen en in gewogen weegflesjes plaatsen overeenkomstig de werkwijze beschreven in II.8.1.

II.9. *Berekening en weergave van de resultaten*

Het gewicht van elk bestanddeel uitdrukken als percentage van het totale gewicht van de in het mengsel aanwezige vezels. De resultaten berekenen op basis van de drooggewichten aan zuivere vezels waarop enerzijds de reprisepercentages zijn toegepast en anderzijds de correctiefactoren voor gewichtsverlies tijdens de voorbehandeling.

II.9.1. Berekening van de percentages zuiver drooggewicht, waarbij geen rekening wordt gehouden met het gewichtsverlies van de vezels tijdens de voorbehandeling:

$$P_1\% = \frac{100\ m_1}{m_1 + m_2 + m_3} = \frac{100}{1 + \frac{m_2 + m_3}{m_1}}$$

$$P_2\% = \frac{100\ m_2}{m_1 + m_2 + m_3} = \frac{100}{1 + \frac{m_1 + m_3}{m_2}}$$

$$P_3\% = 100 - (P_1\% + P_2\%)$$

$P_1\%$ is het percentage van het eerste droge, zuivere bestanddeel

$P_2\%$ is het percentage van het tweede droge, zuivere bestanddeel

$P_3\%$ is het percentage van het derde droge, zuivere bestanddeel

m_1 is het drooggewicht van het eerste zuivere bestanddeel

m_2 is het drooggewicht van het tweede zuivere bestanddeel

m_3 is het drooggewicht van het derde zuivere bestanddeel

II.9.2. Berekening van de percentages van elk bestanddeel na toepassing van de overeengekomen reprisepercentages en de eventuele correctiefactoren voor gewichtsverlies tijdens de voorbehandeling: zie sub I.8.2.

III. *KWANTITATIEVE ANALYSEMETHODE DOOR COMBINATIE VAN SCHEIDING MET DE HAND EN SCHEIDING LANGS CHEMISCHE WEG VAN TERNAIRE TEXTIELVEZELMENGSELS*

Men moet zoveel mogelijk de scheiding met de hand toepassen en rekening houden met de percentages van de gescheiden elementen voordat men tot eventuele bepaling langs chemische weg van de afzonderlijke bestanddelen overgaat.

IV. *NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODEN*

De voor elke analysemethode voor binaire mengsels aangegeven nauwkeurigheid heeft betrekking op de reproduceerbaarheid (zie bijlage II, richtlijn inzake bepaalde methoden voor de kwantitatieve analyse van binaire mengsels van textielvezels).

De reproduceerbaarheid is de getrouwheid, dat wil zeggen de mate van overeenstemming tussen de experimentele waarden die verkregen worden door personeel in verschillende laboratoria of op verschillende tijdstippen, waarbij deze personen bij toepassing van dezelfde methode op een homogeen, identiek produkt individuele resultaten verkrijgen.

De reproduceerbaarheid wordt weergegeven door de betrouwbaarheidsgrenzen van de resultaten bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

Hieronder wordt verstaan het verschil tussen twee uitslagen dat in een reeks analyses in verschillende laboratoria slechts in 5 % van de gevallen overschreden zou worden bij normale en correcte toepassing van de methode op een homogeen, identiek mengsel.

Om de nauwkeurigheid van de analyse van een ternair mengsel te bepalen past men gewoonlijk de waarden toe die zijn vermeld in de analysemethoden voor binaire mengsels die voor de analyse van het ternaire mengsel werden gebruikt.

Aangezien bij de vier varianten van de kwantitatieve chemische analyse van ternaire mengsels twee oplossingen worden uitgevoerd (bij de eerste drie varianten op twee afzonderlijke analysemonsters en bij de vierde variant op hetzelfde analysemonster en ervan uitgaande dat E_1 en E_2 de nauwkeurigheid weergeven van de twee analysemetho-

den voor binaire mengsels, kan de nauwkeurigheid van de resultaten voor ieder bestanddeel volgens onderstaande tabel worden weergegeven:

Samenstellende vezels \ Varianten	1	2 en 3	4
a	E_1	E_1	E_1
b	E_2	$E_1 + E_2$	$E_1 + E_2$
c	$E_1 + E_2$	E_2	$E_1 + E_2$

Bij toepassing van de vierde variant kan wegens een eventuele, moeilijk te evalueren inwerking van het eerste reactiemiddel op het residu van bestanddelen b en c, de nauwkeurigheid lager liggen dan degene die met bovenstaande werkwijze werd berekend.

V. *ANALYSERAPPORT*

V.1. Vermelden welke variant(en) werd(en) toegepast voor het verrichten van de analyse, alsmede de methoden, de reagentia en de correctiefactoren.

V.2. Vermelding van gedetailleerde gegevens inzake speciale voorbehandelingen (zie punt I.6).

V.3. Vermelding van de afzonderlijke resultaten met het rekenkundig gemiddelde tot op een decimaal nauwkeurig.

V.4. Vermelding, telkens als dit mogelijk is, van de nauwkeurigheid van de methode voor ieder bestanddeel, berekend volgens de tabel van hoofdstuk IV.

BIJLAGE II

VOORBEELDEN VAN BEREKENING VAN DE PERCENTAGES VAN DE BESTANDDELEN VAN BEPAALDE TERNAIRE MENGSELS BIJ TOEPASSING VAN BEPAALDE VARIANTEN DIE ZIJN BESCHREVEN SUB I.8.1 VAN BIJLAGE I

Men neme het geval van een vezelmengsel waarvan de kwalitatieve analyse de volgende bestanddelen oplevert: 1. kaardwol; 2. polyamide; 3. ongebleekte katoen.

VARIANT Nr. 1

Indien men volgens deze variant, dat wil zeggen met twee verschillende analysemonsters werkt, waarbij men door oplossing een bestanddeel (a = wol) uit het eerste monster en een tweede bestanddeel (b = polyamide) uit het tweede monster verwijdert, is het mogelijk de volgende resultaten te verkrijgen:

1. Gewicht van het eerste in de droogstoof gedroogde monster na de voorbehandeling (m_1) = 1,6000 g
2. Gewicht van het in de droogstoof gedroogde residu na behandeling met alkalisch natriumhypochloriet (polyamide + katoen) (r_1) = 1,4166 g
3. Gewicht van het tweede in de droogstoof gedroogde monster na voorbehandeling (m_2) = 1,8000 g
4. Gewicht van het in de droogstoof gedroogde residu na behandeling met mierezuur (wol + katoen) (r_2) = 0,9000 g

De behandeling met alkalisch natriumhypochloriet veroorzaakt geen gewichtsverlies aan polyamide, terwijl voor de ongebleekte katoen een gewichtsverlies van 3 % optreedt, zodat $d_1 = 1{,}0$ en $d_2 = 1{,}03$.

Door de behandeling met mierezuur treedt geen gewichtsverlies aan wol en ongebleekte katoen op, zodat d_3 en $d_4 = 1{,}0$.

Wanneer men de door middel van chemische analyse verkregen waarden en de correctiefactoren in de formule sub I.8.1.1 van bijlage I invult, verkrijgt men:

$$P_1\% \text{ (wol)} = \left[\frac{1{,}03}{1{,}0} - 1{,}03 \times \frac{1{,}4166}{1{,}6000} + \frac{0{,}9000}{1{,}8000} \times \left(1 - \frac{1{,}03}{1{,}0}\right)\right] \times 100 = 10{,}30$$

$$P_2\% \text{ (polyamide)} = \left[\frac{1{,}0}{1{,}0} - 1{,}0 \times \frac{0{,}9000}{1{,}8000} + \frac{1{,}4166}{1{,}6000} \times \left(1 - \frac{1{,}0}{1{,}0}\right)\right] \times 100 = 50{,}00$$

$$P_3\% \text{ (katoen)} = 100 - (10{,}30 + 50{,}00) = 39{,}70$$

De percentages van de verschillende gedroogde en gereinigde vezels van het mengsel zijn de volgende:

wol	10,3 %
polyamide	50,0 %
katoen	39,7 %.

Deze percentages moeten overeenkomstig de formules, sub I.8.2 van bijlage I worden gecorrigeerd, ten einde eveneens rekening te houden met de overeengekomen reprisepercentages en de correctiefactoren voor eventueel gewichtsverlies na de voorbehandeling.

Daar zoals in bijlage II van de richtlijn inzake textielbenamingen is vermeld, de overeengekomen reprisepercentages de volgende zijn: kaardwol 17,0 %, polyamidevezel 6,25 %, katoen 8,5 % en daar tergevolge van de voorbehandeling met petroleumether en water bij ongebleekte katoen een gewichtsverlies van 4 % optreedt, krijgt men:

$$P_1A\% \text{ (wol)} = \frac{10{,}30 \times \left(1 + \frac{17{,}0 + 0{,}0}{100}\right)}{10{,}30 \times \left(1 + \frac{17{,}0 + 0{,}0}{100}\right) + 50{,}00 \times \left(1 + \frac{6{,}25 + 0{,}0}{100}\right) + 39{,}70 \times \left(1 + \frac{8{,}5 + 4{,}0}{100}\right)} \times 100 = 10{,}97$$

$$P_2A\% \text{ (polyamide)} = \frac{50{,}00 \times \left(1 + \frac{6{,}25 + 0{,}0}{100}\right)}{109{,}8385} \times 100 = 48{,}37$$

$$P_3A\% \text{ (katoen)} = 100 - (10{,}97 + 48{,}37) = 40{,}66.$$

Het mengsel is derhalve als volgt samengesteld:

polyamide	48,4 %
katoen	40,6 %
wol	11,0 %
	100,0 %

VARIANT Nr. 4

Nemen wij het geval van een vezelmengsel waarvan de kwalitatieve analyse de volgende bestanddelen heeft opgeleverd: kaardwol, viscose en ongebleekte katoen.

Veronderstellen wij dat, indien men volgens deze variant werkt, dat wil zeggen indien achtereenvolgens twee bestanddelen van het mengsel van hetzelfde monster worden verwijderd, de volgende resultaten worden verkregen:

1. Gewicht van het in de droogstoof gedroogde monster na de voorbehandeling (m_1) = 1,6000 g
2. Gewicht van het in de droogstoof gedroogde residu na de eerste behandeling met alkalisch natriumhypochloriet (viscose + katoen) (r_1) = 1,4166 g
3. Gewicht van het in de droogstoof gedroogde residu na de tweede behandeling van het residu r_1 met zinkchloridemierezuur (katoen) (r_2) = 0,6630 g

De behandeling met alkalisch natriumhypochloriet veroorzaakt geen gewichtsverlies aan viscose, terwijl wel een gewichtsverlies aan ongebleekte katoen van 3 % optreedt, zodat $d_1 = 1{,}0$ en $d_2 = 1{,}03$.

Door de behandeling met zinkchloridemierezuur neemt het gewicht van de katoen met 4 % toe, zodat $d_3 = (1{,}03 \times 0{,}96) = 0{,}9888$ (afgerond 0,99) (er wordt aan herinnerd dat d_3 de correctiefactor is voor het gewichtsverlies respectievelijk de gewichtstoename van het derde bestanddeel als gevolg van het eerste en het tweede reactiemiddel).

Wanneer men de door middel van chemische analyse verkregen waarden en de correctiefactoren in de formules sub I.8.1.4 van bijlage I invult, verkrijgt men:

$$P_2\% \text{ (viscose)} = \frac{1{,}0 \times 1{,}4166}{1{,}6000} \times 100 - \frac{1{,}0}{1{,}03} \times 40{,}98 = 48{,}75\ \%$$

$$P_3\% \text{ (katoen)} = \frac{0{,}99 \times 0{,}6630}{1{,}6000} \times 100 = 41{,}02\ \%$$

$$P_1\% \text{ (wol)} = 100 - (48{,}75 + 41{,}02) = 10{,}23\ \%$$

Deze percentages moeten, zoals reeds bij variant nr. 1 werd vermeld, overeenkomstig de formules sub I.8.2 van bijlage I worden gecorrigeerd.

$$P_{1A}\% \text{ (wol)} = \frac{10{,}23 \times \left(1 + \frac{17{,}00 + 0{,}0}{100}\right)}{10{,}23 \times \left(1 + \frac{17{,}00 + 0{,}0}{100}\right) + 48{,}75 \times \left(1 + \frac{13 + 0{,}0}{100}\right) + 41{,}02 \times \left(1 + \frac{8{,}5 + 4{,}0}{100}\right)} \times 100 = 10{,}57\%$$

$$P_{2A}\% \text{ (viscose)} = \frac{48{,}75 \times \left(1 + \frac{13 + 0{,}0}{100}\right)}{113{,}2041} \times 100 = 48{,}65\ \%$$

$$P_{3A}\% \text{ (katoen)} = 100 - (10{,}57 + 48{,}65) = 40{,}78\ \%$$

Dienovereenkomstig heeft het mengsel de volgende samenstelling:

viscose	48,6 %
katoen	40,8 %
wol	10,6 %
	100,0 %

BIJLAGE III

TABEL VAN TYPES VAN TERNAIRE MENGSELS DIE KUNNEN WORDEN GEANALYSEERD MET BEHULP VAN COMMUNAUTAIRE ANALYSEMETHODEN VOOR BINAIRE MENGSELS

(bedoeld als voorbeeld)

Nr. mengsels	Vezelbestanddelen			Varianten (1)	Nrs. communautaire analysemethoden voor binaire mengsels, met vermelding van de gebruikte reagentia
	1e bestanddeel	2e bestanddeel	3e bestanddeel		
1	wol of haar	viscose, cupro of bepaalde modalsoorten	katoen	1 en/of 4	2 (alkalisch natriumhypochloriet) en 3 (zinkchloride/mierezuur)
2	wol of haar	polyamide 6 of 6-6	katoen, viscose, cupro of modal	1 en/of 4	2 (alkalisch natriumhypochloriet) en 4 (80 % mierezuur)
3	wol, haar of zijde	bepaalde chloorvezels	viscose, cupro, modal of katoen	1 en/of 4	2 (alkalisch natriumhypochloriet) en 9 (zwavelkoolstof/aceton 55,5/44,5)
4	wol of haar	polyamide 6 of 6-6	polyester, polypropyleen — acrylvezels of glasvezel	1 en/of 4	2 (alkalisch natriumhypochloriet) en 4 (80 % mierezuur)
5	wol, haar of zijde	bepaalde chloorvezels	polyester, acrylvezels, polyamiden of glasvezels	1 en/of 4	2 (alkalisch natriumhypochloriet) en 9 (zwavelkoolstof/aceton 55,5/44,5)
6	zijde	wol of haar	polyester	2	11 (75 % zwavelzuur) en 2 (alkalisch natriumhypochloriet)
7	polyamide 6 of 6-6	acrylvezels	katoen, viscose, cupro of modal	1 en/of 4	4 (80 % mierezuur) en 8 (dimethylformamide)
8	bepaalde chloorvezels	polyamide 6 of 6-6	katoen, viscose, cupro of modal	1 en/of 4	8 (dimethylformamide) en 4 (80 % mierezuur) of 9 (zwavelkoolstof/aceton 55,5/44,5) en 4 (80 % mierezuur)
9	acrylvezels	polyamide 6 of 6-6	polyester	1 en/of 4	8 (dimethylformamide) en 4 (80 % mierezuur)
10	acetaat	polyamide 6 of 6-6	viscose, katoen, cupro of modal	4	1 (aceton) en 4 (80 % mierezuur)
11	bepaalde chloorvezels	acrylvezels	polyamiden	2 en/of 4	9 (zwavelkoolstof/aceton 55,5/44,5) en 8 (dimethylformamide)

Nr. mengsels	Vezelbestanddelen			Varianten (1)	Nrs. communautaire analysemethoden voor binaire mengsels, met vermelding van de gebruikte reagentia
	1e bestanddeel	2e bestanddeel	3e bestanddeel		
12	bepaalde chloorvezels	polyamide 6 of 6-6	acrylvezels	1 en/of 4	9 (zwavelkoolstof/aceton 55,5/44,5) en 4 (80 % mierezuur)
13	polyamide 6 of 6-6	viscose, cupro, modal of katoen	polyester	4	4 (80 % mierezuur) en 7 (75 % zwavelzuur)
14	acetaat	viscose, cupro, modal of katoen	polyester	4	1 (aceton) en 7 (75 % zwavelzuur)
15	acrylvezels	viscose, cupro, modal of katoen	polyester	4	8 (dimethylformamide) en 7 (75 % zwavelzuur)
16	acetaat	wol, haar of zijde	katoen, viscole, cupro, modal, polyamiden, polyester, acrylvezels	4	1 (aceton) en 2 (alkalisch natriumhypochloriet)
17	triacetaat	wol, haar of zijde	katoen, viscose, cupro, modal, polyamiden, polyester, acrylvezels	4	6 (dichloormethaan) en 2 (alkalisch natriumhypochloriet)
18	acrylvezels	wol, haar of zijde	polyester	1 en/of 4	8 (dimethylformamide) en 2 (alkalisch natriumhypochloriet)
19	acrylvezels	zijde	wol of haar	4	8 (dimethylformamide) en 11 (75 % zwavelzuur)
20	acrylvezels	wol, haar of zijde	katoen, viscose, cupro of modal	1 en/of 4	8 (dimethylformamide) en 2 (alkalisch natriumhypochloriet)
21	wol, haar of zijde	katoen, viscose, modal, cupro	polyester	4	2 (alkalisch natriumhypochloriet) en 7 (75 % zwavelzuur)
22	viscose, cupro of bepaalde modalsoorten	katoen	polyester	2 en/of 4	3 (zinkchloride/mierezuur) en 7 (75 % zwavelzuur)
23	acrylvezels	viscose, cupro of bepaalde modalsoorten	katoen	4	8 (dimethylformamide) en 3 (zinkchloride/mierezuur)
24	bepaalde chloorvezels	viscose, cupro of bepaalde modalsoorten	katoen	1 en/of 4	9 (zwavelkoolstof/aceton 55,5/44,5) en 3 (zinkchloride/mierezuur) of 8 (dimethylformamide) en 3 (zinkchloride/mierezuur)

Nr. mengsels	Vezelbestanddelen			Varianten (1)	Nrs. communautaire analysemethoden voor binaire mengsels, met vermelding van de gebruikte reagentia
	1e bestanddeel	2e bestanddeel	3e bestanddeel		
25	acetaat	viscose, cupro of bepaalde modalsoorten	katoen	4	1 (aceton) en 3 (zinkchloride/mierezuur)
26	triacetaat	viscose, cupro of bepaalde modalsoorten	katoen	4	6 (dichloormethaan) en 3 (zinkchloride/mierezuur)
27	acetaat	zijde	wol of haar	4	1 (aceton) en 11 (75 % zwavelzuur)
28	triacetaat	zijde	wol of haar	4	6 (dichloormethaan) en 11 (75 % zwavelzuur)
29	acetaat	acrylvezels	katoen, viscose, cupro of modal	4	1 (aceton) en 8 (dimethylformamide)
30	triacetaat	acrylvezels	katoen, viscose, cupro of modal	4	6 (dichloormethaan) en 8 (dimethylformamide)
31	triacetaat	polyamide 6 of 6-6	katoen, viscose, cupro of modal	4	6 (dichloormethaan) en 4 (80 % mierezuur)
32	triacetaat	katoen, viscose, cupro of modal	polyester	4	6 (dichloormethaan) en 7 (75 % zwavelzuur)
33	acetaat	polyamide 6 of 6-6	polyester of acrylvezels	4	1 (aceton) en 4 (80 % mierezuur)
34	acetaat	acrylvezels	polyester	4	1 (aceton) en 8 (dimethylformamide)
35	bepaalde chloorvezels	katoen, viscose, cupro of modal	polyester	4	8 (dimethylformamide) en 7 (75 % zwavelzuur) of 9 (zwavelkoolstof/aceton 55,5/44,5) en 7 (75 % zwavelzuur)

(1) Bij gebruik van variant 4 moet eerst het eerste bestanddeel worden verwijderd met behulp van het eerstgenoemde reactiemiddel.

BESLUIT VAN DE RAAD

van 8 maart 1973

tot wijziging van de Statuten van het Voorzieningsagentschap van Euratom ten gevolge van de toetreding van nieuwe Lid-Staten tot de Gemeenschap

(73/45/Euratom)

DE RAAD VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Gemeenschap voor Atoomenergie, inzonderheid op artikel 54, tweede en derde alinea,

Gelet op het voorstel van de Commissie,

BESLUIT:

Artikel 1

Artikel V, leden 1 en 2, van de Statuten van het Voorzieningsagentschap van Euratom [1] wordt als volgt gewijzigd:

„1. Het kapitaal van het Agentschap bedraagt 3 200 000 E.M.A.-rekeneenheden.

2. Het kapitaal is verdeeld volgens de sleutel:

België:	6 %
Duitsland:	21 %
Denemarken:	3 %
Frankrijk:	21 %
Ierland:	1 %
Italië:	21 %
Nederland:	6 %
Verenigd Koninkrijk:	21 %."

Artikel 2

Artikel X, leden 1 en 2, van de in artikel 1 genoemde Statuten wordt als volgt gewijzigd:

„1. Er wordt een Raadgevend Comité van het Agentschap opgericht; het bestaat uit 33 leden.

2. De zetels worden als volgt over de onderdanen der Lid-Staten verdeeld:

België:	3 leden
Duitsland:	6 leden
Denemarken:	2 leden
Frankrijk:	6 leden
Ierland:	1 lid
Italië:	6 leden
Nederland:	3 leden
Verenigd Koninkrijk:	6 leden."

Gedaan te Brussel, 8 maart 1973.

Voor de Raad

De Voorzitter

W. De CLERCQ

[1] PB nr. 27 van 6. 12. 1958, blz. 534/58.

COMMISSIE

VIERDE RICHTLIJN VAN DE COMMISSIE

van 5 december 1972

houdende vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders

(73/46/EEG)

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap,

Gelet op de richtlijn van de Raad van 20 juli 1970 betreffende de invoering van gemeenschappelijke bemonsterings- en analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders (1), gewijzigd door de richtlijn nr. 72/275/EEG van 20 juli 1972 (2), inzonderheid op artikel 2,

Overwegende dat bovenbedoelde richtlijn bepaalt dat de officiële controle van veevoeders, welke ertoe strekt na te gaan of aan de op grond van de wettelijke of bestuursrechtelijke bepalingen inzake de kwaliteit en de samenstelling van veevoeders gestelde eisen is voldaan, geschiedt volgens communautaire bemonsterings- en analysemethoden;

Overwegende dat bij E.E.G. Richtlijnen nr. 71/250, nr. 71/393 en nr. 72/199 van de Commissie van 15 juni 1971 (3), 18 november 1971 (4) en 27 april 1972 (5) reeds een zeker aantal gemeenschappelijke analysemethoden is vastgelegd; dat gezien de vorderingen welke de werkzaamheden sindsdien hebben gemaakt het dienstig is een vierde reeks methoden vast te stellen;

Overwegende dat de in deze richtlijn vervatte maatregelen in overeenstemming zijn met het advies van het Permanent Comité voor veevoeders,

HEEFT DE VOLGENDE RICHTLIJN VASTGESTELD:

Artikel 1

De Lid-Staten schrijven voor dat de analysen voor de officiële controle van veevoeders ten aanzien van het gehalte aan vocht in dierlijke en plantaardige vetten en oliën, en ten aanzien van het gehalte aan magnesium en ruwe celstof in veevoeders, geschieden volgens de in de bijlage I bij deze richtlijn omschreven methoden.

De algemene bepalingen welke vermeld staan in het deel 1 van de bijlage (inleiding) van de Eerste Richtlijn nr. 71/250/EEG van de Commissie van 15 juni 1971, zijn toepasselijk op de methoden beschreven in de bijlage I van deze richtlijn.

Artikel 2

De Lid-Staten schrijven voor dat de analysen voor de officiële controle van veevoeders ten aanzien van hun gehalte aan retinol (vitamine A), thiamine (aneurine, vitamine B 1) en aan ascorbine- en dehydroascorbinezuren (vitamine C) geschieden volgens de in bijlage II bij deze richtlijn omschreven methoden.

De algemene bepalingen van Deel I (inleiding) van de bijlage van de Eerste Richtlijn nr. 71/250/EEG van de Commissie van 15 juni 1971 zijn, met uitzondering van het deel betreffende de voorbereiding van het analysemonster, op de methoden beschreven in bijlage II, van deze richtlijn toepasselijk.

Artikel 3

De Lid-Staten doen uiterlijk op 1 januari 1974 de nodige wettelijke of bestuursrechtelijke bepalingen in werking treden ten einde hun wetgeving in overeenstemming te brengen met deze richtlijn. Zij stellen de Commissie onverwijld hiervan in kennis.

Artikel 4

Deze richtlijn is gericht tot de Lid-Staten.

Gedaan te Brussel, 5 december 1972.

Voor de Commissie

De Voorzitter

S. L. MANSHOLT

(1) PB nr. L 170 van 3. 8. 1970, blz. 2.
(2) PB nr. L 171 van 29. 7. 1972, blz. 39.
(3) PB nr. L 155 van 12. 7. 1971, blz. 13.
(4) PB nr. L 279 van 20. 12. 1971, blz. 7.
(5) PB nr. L 123 van 29. 5. 1972, blz. 6.

BIJLAGE I

1. BEPALING VAN VOCHT IN DIERLIJKE EN PLANTAARDIGE VETTEN EN OLIËN

1. Doel en toepasbaarheid

Het voorschrift beschrijft de methode voor de bepaling van het gehalte aan vocht, water en andere vluchtige stoffen in dierlijke en plantaardige vetten en oliën.

2. Principe

Het monster wordt bij 103 °C gedroogd, totdat geen gewichtsverlies meer optreedt. Het gewichtsverlies wordt door weging bepaald.

3. Apparatuur

3.1. Schaal met vlakke bodem, van corrosiebestendig materiaal, doorsnede 8 à 9 cm, hoogte ca. 3 cm.

3.2. Kwikthermometer met een versterkt reservoir en een expansieruimte, gecalibreerd van ongeveer 80 °C tot tenminste 110 °C, lengte ca. 10 cm.

3.3. Zandbad of een electrische verwarmingsplaat.

3.4. Exsiccator met een effectief droogmiddel.

3.5. Analytische balans.

4. Uitvoering

Breng ongeveer 20 g van het gehomogeniseerde monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, in de droge schaal (3.1), getarreerd met de thermometer (3.2). Verhit op het zandbad of op de verwarmingsplaat (3.3) onder voortdurend roeren met de thermometer zodanig, dat na ongeveer 7 min. een temperatuur van 90 °C bereikt wordt.

Verminder de toevoer van warmte overeenkomstig de frekwentie waarmee gasbellen van de bodem van de schaal opstijgen. De temperatuur mag niet hoger komen dan 105 °C. Roer onder voortdurend schrapen over de bodem van de schaal tot de belvorming ophoudt.

Herhaal, om zeker te zijn dat al het vocht uitgedreven wordt, meerdere keren de verwarming tot 103 °C ± 2 °C en laat tussen twee opeenvolgende verhittingen afkoelen tot 93 °C. Laat vervolgens in de exsiccator afkoelen tot kamertemperatuur en weeg. Herhaal deze procedure totdat het gewichtsverlies tussen twee opeenvolgende wegingen niet meer bedraagt dan 2 mg.

N. B. Een gewichtsvermeerdering van het monster na herhaalde verwarming duidt op oxidatie van het vet. In dit geval maakt men bij de berekening gebruik van het resultaat van de weging die vlak voor de gewichtsvermeerdering gedaan werd.

5. Berekening van de resultaten

Bereken het gehalte aan vocht in percenten van het monster uit de formule:

$$(M_1 - M_2) \cdot \frac{100}{M_o}$$

waarin:

M_o = gewicht van het monster (in g)

M_1 = gewicht van de schaal met inhoud vóór verhitting (in g)

M_2 = gewicht van de schaal met inhoud na verhitting (in g)

Resultaten beneden 0,05 % moeten aangegeven worden met „minder dan 0,05 %".

Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van een bepaling in tweevoud in hetzelfde monster mag niet meer bedragen dan 0,05 % absoluut.

2. BEPALING VAN MAGNESIUM

door atoomabsorptiespektrofotometrie

1. Doel en toepasbaarheid

Het voorschrift beschrijft de methode voor de bepaling van het gehalte aan magnesium in veevoeders. Het is bijzonder geschikt voor de bepaling van magnesiumgehalten van minder dan 5 %.

2. Principe

Het monster wordt verast en de as behandeld met zoutzuur. Indien het monster geen organische bestanddelen bevat, wordt het direct met zoutzuur behandeld. De oplossing wordt verdund en het magnesiumgehalte wordt bepaald door atoomabsorptiespektrofotometrie bij 285,2 nm, aan de hand van ijkoplossingen.

3. Reagentie

3.1. Zoutzuur p.a., d = 1,16

3.2. Zoutzuur p.a., d = 1,19

3.3. Magnesium of -draad of magnesiumsulfaat ($Mg\ SO_4 \cdot 7H_2O$), p.a. onder vacuum gedroogd bij kamertemperatuur

3.4. Strontiumzoutoplossing (chloride of nitraat) met 25 g strontium per 1 (= 76,08 g $SrCl_2.6H_2O$ p.a./1 of 60,38 g Sr $(NO_3)_2$ p.a./1.).

3.5. Magnesiumstandaardoplossing: weeg af 1 g magnesium (3.3) tot op 1 mg nauwkeurig, nadat tevoren zorgvuldig het oxidelaagje is verwijderd, of een overeenkomstige hoeveelheid magnesiumsulfaat (3.3) en breng dit in een maatkolf van 1 000 ml. Voeg toe 80 ml zoutzuur (3.1), los het magnesium op en vul aan met water tot 1 000 ml. 1 ml van de verkregen oplossing bevat 1,000 mg magnesium.

4. Apparatuur

4.1. Verassingsschalen van platina, kwarts of porselein

4.2. Elektrische moffeloven met thermostaat

4.3. Atoomabsorptiespektrofotometer

5. Uitvoering

5.1. *Bereiding van de analyseoplossing*

5.1.1. *Veevoeders die uitsluitend uit minerale bestanddelen bestaan*

Breng 5 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, in een maatkolf van 500 ml met 250 à 300 ml water. Voeg dan toe 40 ml zoutzuur (3.1), breng aan de kook en laat gedurende ongeveer 30 min. zachtjes koken. Koel af, vul aan met water tot 500 ml, meng en filtreer over een droog vouwfilter in een droog bekerglas. Werp het eerste deel (ongeveer 30 ml) van het filtraat weg.

Bij aanwezigheid van kiezelzuur wordt 5 g van het monster met een voldoende hoeveelheid zoutzuur (3.2) (15—30 ml) op een waterbad tot droog ingedampt. Handel verder als beschreven onder 5.1.2.

5.1.2. *Veevoeders die voornamelijk uit minerale bestanddelen bestaan*

Breng 5 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, in een verassingsschaal en veras in de moffeloven bij 550 °C, totdat as zonder kooldeeltjes wordt verkregen. Voor de scheiding van kiezelzuur wordt aan de as een voldoende hoeveelheid zoutzuur (3.2) (15—30 ml) toegevoegd en op het waterbad tot droog ingedampt. Droog vervolgens gedurende een uur in een droogstoof bij 105 °C. Het residu wordt in 10 ml zoutzuur (3.1) opgenomen en met warm water in een maatkolf van 500 ml overgespoeld. Kook gedurende korte tijd, na afkoelen wordt met water aangevuld, geschud en door een droog vouwfilter in een droog bekerglas gefiltreerd. De eerste 30 ml van het filtraat wordt verwijderd.

5.1.3. *Veevoeders die voornamelijk uit organische bestanddelen bestaan*

Breng 5 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, in een verassingsschaal en veras in de moffeloven bij 550 °C, totdat as zonder kooldeeltjes wordt verkregen. Voeg toe 5 ml zoutzuur (3.2), damp droog op een waterbad en laat vervolgens gedurende 1 h drogen bij 105 °C in een droogstoof om het kiezelzuur onoplosbaar te maken. Neem het residu hierna op in 5 ml zoutzuur (3.1) en breng met behulp van heet water over in een maatkolf van 250 ml. Kook even op en vul na afkoelen aan tot 250 ml met water. Meng en filtreer over een droog vouwfilter in een droog bekerglas. Werp het eerste deel (ongeveer 30 ml) van het filtraat weg.

5.2. *Meting van de atoomabsorptie*

Bereid door verdunnen met water uit de magnesiumstandaardoplossing (3.5) tenminste 5 ijkoplossingen met toenemende concentraties. De concentraties van deze oplossingen zijn afhankelijk van het optimale meetbereik van de atoomabsorptiespektrofotometer. Voeg aan iedere ijkoplossing 10 ml strontiumzoutoplossing (3.4) toe en vul daarna met water aan tot 100 ml.

Verdun met water een aliquot deel van het onder 5.1.1, 5.1.2 of 5.1.3 verkregen filtraat, zodat een magnesiumconcentratie bereikt wordt, die binnen het concentratiegebied van de ijkoplossingen ligt. De zoutzuur concentratie van deze oplossing mag niet hoger zijn dan 0,4 N. Voeg 10 ml van het strontiumzoutoplossing (3.4) toe en vul daarna met water aan tot 100 ml.

Meet de atoomabsorptie van de ijkoplossingen en van de analyseoplossing bij een golflengte van 285,2 nm.

6. **Berekening van de resultaten**

Bereken het gehalte aan magnesium met behulp van de ijkoplossingen. Druk het resultaat uit in percenten van het monster.

Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van een bepaling in tweevoud in hetzelfde monster mag niet meer bedragen dan 5 % relatief.

3. BEPALING VAN RUWE CELSTOF

1. **Doel en toepasbaarheid**

Het voorschrift beschrijft de methode voor de bepaling van het gehalte aan in zuur en loog onoplosbare, vetvrije organische bestanddelen in veevoeders, conventioneel aangeduid als ruwe celstof.

2. **Principe**

Het eventueel ontvette monster wordt achtereenvolgens behandeld met een kokende oplossing van zwavelzuur en een kookende oplossing van kaliumhydroxide van vastgestelde sterktes. Het residu wordt over asbest gefiltreerd, uitgewassen, gedroogd, gewogen en bij 900 °C verast. Het gewichtsverlies als gevolg van de verassing komt overeen met de hoeveelheid ruwe celstof in het afgewogen analysemateriaal.

3. **Reagentia**

3.1. Zwavelzuur 0,26 N.

3.2. Asbest, als volgt behandeld:

Meng het asbest voor Gooch-kroezen met ongeveer zijn 5-voudig gewicht aan verdund zoutzuur (1 volume-deel zoutzuur, d = 1,19 + 3 volumedelen water). Kook het mengsel gedurende ongeveer 45 min., laat afkoelen en filtreer over een Büchnertrechter. Was het residu met water, totdat het laatste waswater neutraal reageert en was na met aceton (3.6). Droog het asbest in de droogstoof en gloei het vervolgens gedurende 2 h bij 900 °C. Bewaar het asbest na afkoelen in een goed gesloten fles. Het aldus behandelde asbest kan meerdere keren gebruikt worden. Het moet voldoen aan de eisen die onder 5.1 bij de blancoproef genoemd worden.

3.3. Antischuimemulsie (bv. siliconen)

3.4. Kaliumhydroxideoplossing 0,23 N [6]

3.5. Zoutzuur 0,5 N

3.6. Aceton, zuiver

3.7. Diethylether, zuiver

4. **Apparatuur**

4.1. Bekerglazen van tenminste 600 ml, met een merkstreep bij 200 ml.

4.2. Porseleinen schijven, doorsnede ca. 80 mm, dikte ca. 4 mm, voorzien van ongeveer 32 gaten met een doorsnede van ca. 4 mm.

4.3. Afzuigkolven van ongeveer 2 l, met een merkstreep bij 800 ml en voorzien van een doorboorde rubberen stop en een glazen trechter met een doorsnede van 120 mm.

4.4. Filterplaatjes, doorsnede ca. 40 mm, dikte ca. 4 mm, met een conische rand, passend in de trechter (4.3), voorzien van ongeveer 16 gaten met een doorsnede van ca. 4 mm en overtrokken met een metalen gaas met een maaswijdte van ca. 1 mm. Filterplaatjes en gaas dienen bestendig te zijn tegen de inwerking van zuur en loog.

4.5. Verassingsschalen van platina of kwarts.

4.6. Elektrische moffeloven met thermostaat.

4.7. Exsiccator.

4.8. Asbestfilter: Suspendeer 2,0 g behandeld asbest (3.2) om 100 ml water en zuig af over een filterplaat, die bedekt is met een metalen gaas en die zich in de trechter van een afzuigkolf (4.3) bevindt. Filtreer het filtraat nogmaals over hetzelfde filter. Werp het laatste filtraat weg.

5. **Uitvoering**

Weeg af 3 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig en breng het samen met 2 g behandeld asbest (3.2) in een bekerglas (4.1). Voeg toe 200 ml zwavelzuur (3.1) en enkele druppels antischuimemulsie (3.3). Breng het geheel snel aan de kook en laat het gedurende precies 30 min. koken. Dek, om het volume constant te houden, het bekerglas af met een koelsysteem bv. met een rondbodemkolf van 500 ml, waardoor koelwater geleid wordt. Onderbreek het koken door toevoegen van ca. 50 ml koud water en zuig onmiddellijk af over een asbestfilter, dat tevoren bereid is, zoals beschreven onder 4.8.

Was het residu 5 maal met telkens ongeveer 100 ml heet water, zodat het eindvolume van het filtraat ongeveer 800 ml bedraagt. Breng vervolgens het residu kwantitatief terug in het bekerglas (4.1), waarin tevoren een porseleinen schijf (4.2) is gebracht om koolvertraging te voorkomen. Voeg toe 200 ml kaliumhydroxideoplossing (3.4), breng snel aan de kook en laat gedurende precies 30 min. koken. Voeg onmiddellijk hierna toe ca. 50 ml koud water en zuig af over een nieuw asbestfilter dat tevoren bereid is zoals beschreven onder 4.8. Was het residu eerst met heet water, totdat het laatste waswater neutraal reageert (controleer met lakmoespapier) en vervolgens 3 maal met aceton (3.6) (totaal ongeveer 100 ml aceton).

Breng het residu kwantitatief over in een verassingsschaal (4.5), spreid het indien nodig uit en droog bij 130 °C tot constant gewicht.

Laat afkoelen in de exsiccator en weeg snel. Gloei daarna de schaal met de inhoud in de moffeloven (4.6) gedurende 30 min. bij 900 °C. Laat afkoelen in de exsiccator en weeg snel.

Verricht op gelijke wijze een *blancobepaling* met het behandelde asbest (3.2), doch zonder analysemateriaal. Het gewichtsverlies na het gloeien mag bij gebruik van 6 g asbest niet groter zijn dan 10 mg.

6. **Berekening van de resultaten**

Bereken het gehalte aan ruwe celstof in percenten van het monster uit de formule:

$$\frac{(a - b) \cdot 100}{3}$$

waarin:

a = gloeiverlies bij de proef

b = gloeiverlies bij de blancoproef

Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van een bepaling in tweevoud in hetzelfde monster mag niet meer bedragen dan:

0,3 % absoluut bij gehalten aan ruwe celstof van minder dan 10 %

3 % relatief bij gehalten aan ruwe celstof van 10 % of meer.

7. **Opmerkingen**

7.1. Veevoeders met een vetgehalte van meer dan 10 % moeten vóór de analyse met behulp van diethylether ontvet worden. Breng hiertoe 3 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, op een asbestfilter (4.8). Voeg 3 maal ongeveer 50 ml diethylether (3.7) toe en zuig de ether telkens voorzichtig af. Breng het ontvette monster en het asbest kwantitatief over in een bekerglas (4.1) en voer de analyse uit zoals beschreven onder 5.

7.2. Veevoeders, die niet direct extraheerbare vetten bevatten moeten ontvet worden zoals beschreven onder 7.1 en na het wassen van het residu van de zure hydrolyse opnieuw ontvet worden. Was hiertoe het residu van de zure hydrolyse 3 maal met aceton (3.6) (totaal 100 ml) en vervolgens 3 maal met 50 ml diethylether (3.7). Breng het residu kwantitatief over in een bekerglas (4.1) en voer de analyse verder uit zoals beschreven onder 5 2e alinea (behandeling met kaliumhydroxideoplossing).

7.3. Veevoeders met een hoog gehalte aan calcium (meer dan 2 % Ca) worden als volgt behandeld. Breng 3 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, in een bekerglas (4.1) met 100 ml koud 0,5 N zoutzuur (3.5) en laat gedurende 5 min. staan. Filtreer meteen en was uit met koud water. Maak hierbij gebruik van het asbest, dat oorspronkelijk bestemd was als filtreerhulpmiddel bij de behandeling met zwavelzuur. Wanneer zich moeilijkheden voordoen bij het filtreren, verdun dan de suspensie met aceton. Handel verder als beschreven onder 5.

BIJLAGE II

1. BEPALING VAN RETINOL (VITAMINE A)

1. **Doel en toepassingsgebied**

Met behulp van deze methode is het mogelijk retinol (vitamine A) te bepalen in veevoeders, concentraten en voormengsels. De ondergrens voor de bepaling ligt bij 10 000 IE/kg bij pigmentrijke veevoeders en 4 000 IE/kg bij alle andere veevoeders [1]. Al naar gelang van het veronderstelde gehalte aan retinol worden de produkten verdeeld in twee groepen.

Groep A: gehalten van minder dan 200 000 IE/kg,

Groep B: gehalten gelijk aan of hoger dan 200 000 IE/kg.

2. **Principe**

Het monster wordt in een oplossing van kaliumhydroxyde onder toevoeging van ethanol, in aanwezigheid van een antioxydant of onder stikstofatmosfeer warm gehydroliseerd. Het mengsel wordt geëxtraheerd met 1,2-dichloorethaan, het extract wordt tot droog ingedampt en opgenomen in petroleumether. De aldus verkregen oplossing wordt gechromatografeerd

---

[1] 1 IE = 0,3 µg retinol.

aan een kolom van aluminiumoxide (voor de produkten van groep B is de chromatografie slechts in bepaalde gevallen vereist). Het retinol wordt in produkten die vallen onder groep A (na ontwikkelen van een gekleurd complex volgens de Carr-Price reactie) fotometrisch bepaald bij 610 nm, in producten van groep B spectrofotometrisch bij 325 nm.

3. **Reagentia**

a) *voor de analyse van de produkten van groepen A en B*

3.1. Ethanol 96 % (v/v)

3.2. natriumascorbaatoplossing 10 % (g/v) p.a., of

3.3. gezuiverde stikstof

3.4. kaliumhydroxide-oplossing 50 % (g/v) p.a.

3.5. kaliumhydroxide-oplossing 1 N

3.6. kaliumhydroxide-oplossing 0,5 N

3.7. 1,2-dichloorethaan p.a.

3.8. petroleumether, kookpunt 30—35 °C. Zuiver indien nodig de petroleumether op de volgende wijze: schud 1 000 ml petroleumether zoveel maal met porties van 20 ml geconcentreerd zwavelzuur tot het zuur kleurloos blijft. Verwijder het zuur en was achtereenvolgens de petroleumether eenmaal met 500 ml water, tweemaal met 250 ml natriumhydroxide-oplossing 10 % en driemaal met 500 ml water. Verwijder de waterlaag, droog de petroleumether gedurende een uur op actieve kool en watervrij natriumsulfaat, filtreer en destilleer;

3.9. aluminiumoxide, gestandaardiseerd volgens Brockmann: verhit gedurende 8 uur op 750 °C, koel af in een exsiccator en bewaar in een bruine fles met ingeslepen stop. Vóór het gebruik bij de chromatografie wordt als volgt bevochtigd: meng in een fles van bruin glas 10 g aluminiumoxide met 0,7 ml water, sluit de fles hermetisch, verwarm gedurende 5 min. onder krachtig schudden in een kokend waterbad, koel daarna af onder schudden. De activiteit van het bereide aluminiumoxide wordt gecontroleerd door analyse volgens 5.3 en 5.4 aan de hand van een bekende hoeveelheid retinolstandaard (3.17);

3.10. basisch aluminiumoxide, activiteitsgraad I;

3.11. diethylether, zuiver. Verwijder peroxiden en sporen water door chromatografie aan een kolom van basisch aluminiumoxide (3.10) (25 g aluminiumoxide voor circa 250 ml diethylether);

3.12. oplossingen van diethylether (3.11) 4, 8, 12, 16 en 20 % (v/v) in petroleumether (3.8);

3.13. natriumsulfide-oplossing 0,5 M in glycerine 70 % (v/v) bereid op basis van natriumsulfide p.a.

b) *alleen voor de analyse van de produkten van groep A*

3.14. benzeen p.a., kristalliseerbaar;

3.15. chloroform p.a. Verwijder ethanol, fosgeen en sporen water door chromatograferen aan een kolom van basisch aluminiumoxide (3.10) (50 g aluminiumoxide voor circa 200 ml chloroform; het verdient aanbeveling de eerste 50 ml eluaat nogmaals over dezelfde kolom te reinigen);

3.16. reagens volgens Carr-Price: schud ongeveer 25 g antimoniumtrichloride p.a. (te bewaren in exsiccator) met 100 ml chloroform (3.15) totdat de oplossing verzadigd is. Een geringe neerslag van antimoniumtrichloride is niet hinderlijk. Voeg toe 2 ml azijnzuuranhydride p.a. Bewaar in een bruine fles met ingeslepen stop in de ijskast. Het reagens is gedurende meerdere weken houdbaar;

3.17. Retinol-standaard, spectrofotometrisch bepaald.

c) *alleen voor de analyse van de produkten van groep B*

3.18. Isopropanol, voor chromatografie.

4. **Apparatuur**

4.1. Waterbad

4.2. Vacuumrotatieverdamper met ronde kolven van verschillende inhoud

4.3. Chromatografiebuizen van glas (lengte 300 mm, binnendoorsnede circa 13 mm)

4.4. Spectrofotometer met cuvetten van 10 mm optische weglengte (van kwarts van de metingen in het UV bereik)

4.5. UV-lamp, 365 nm.

5. **Uitvoering**

N.B. Alle werkzaamheden dienen te worden verricht in diffus daglicht, eventueel in apparatuur van bruin glas.

5.1. *Af te wegen hoeveelheid monster*

Weeg, afhankelijk van het te verwachten gehalte aan vitamine A, van het fijngemaakte monster een hoeveelheid af als volgt:

0,1 tot 1,0 g voor concentraten (gehalten boven 20 000 IE/g);

3,0 tot 5,0 g voor voormengsels (gehalten tussen 400 en 20 000 IE/g);

10 tot 20 g voor minerale mengsels;

30 g voor de producten van groep A.

Breng de afgewogen hoeveelheid direct over in een kolf met ingeslepen stop.

5.2. *Hydrolyse en extractie* (1)

Voeg achtereenvolgens toe 40 ml ethanol (3.1), 2 ml natriumascorbaat-oplossing (3.2) (2) en 10 ml kaliumhydroxide-oplossing (3.4) en 2 ml natriumsulfide-oplossing (3.13). Verwarm gedurende 30 min. bij 70—80 °C onder terugvloeikoeling en koel vervolgens in stromend water. Voeg toe 50 ml ethanol (3.1) en pipetteer hierbij 100 ml 1,2-dichloorethaan (3.7). Schud krachtig en decanteer de bovenstaande vloeistof in een scheitrechter. Voeg toe 150 ml kaliumhydroxide-oplossing (3.5), schud gedurende 10 sec. Laat na scheiding der lagen de dichloorethaanfase (onderlaag) in een scheitrechter af, voeg 40 ml kaliumhydroxide-oplossing (3.6) toe, schud gedurende 10 sec. en wacht tot de vloeistoffasen zich gescheiden hebben. Laat de dichloorethaanfase in een scheitrechter af en was 6 tot 8 maal met steeds 40 ml water tot alkali-vrij (tegen fenolftaleïen). Zonder de dichloorethaanfase af en verwijder er de laatste sporen water uit met strookjes filtreerpapier. Damp een aliquot deel van de dichloorethaan-oplossing onder vacuum op een waterbad van 40 °C in tot droog. Neem het residu snel op in 5 ml petroleumether (3.8).

Voor de produkten van groep A, chromatografeer als aangegeven onder 5.3.1.

Voor de produkten van groep B, breng de oplossing over in een maatkolf van 50 ml, vul aan met petroleumether (3.8) homogeniseer en meet de extinctie volgens 5.4.2.

5.3. *Chromatografie*

5.3.1. *Produkten van groep A*

Vul een chromatografiebuis (4.3) tot een hoogte van 200 mm met aluminiumoxide (3.9) dat vooraf is doordrenkt met petroleumether (3.8). Breng de volgens 5.2 verkregen oplossing in de buis en voeg onmiddellijk 20 ml petroleumether (3.8) toe. Elueer achtereenvolgens met porties van 10 ml van de oplossingen 4, 8, 12, 16 en 20 % diethylether (3.12) in petroleumether. Regel de druppelsnelheid tot 2 à 3 druppels per sec. door zwak vacuum of overdruk toe te passen.

(1) Verdubbel voor kunstmelkpoeder of andere produkten die neiging vertonen tot klontvorming of zwelling, de hoeveelheden reagentia onder 5.2, eerste en tweede alinea.

(2) De toevoering van natriumascorbaat kan achterwege blijven wanneer de hydrolyse plaats vindt onder stikstofatmosfeer.

Bij de chromatografie wordt de caroteenfractie [1] het eerst geëlueerd. De retinolfractie wordt in het algemeen geëlueerd door de 20 % diethylether-oplossing in petroleumether (3.12). De elutie wordt in UV-licht gecontroleerd (korte belichting van de kolom met behulp van een kwiklamp). De fluorescerende band van de retinol is duidelijk gescheiden van de daaropvolgende geelgekleurde xantofylbanden. Vang de fractie van het eluaat die de retinol bevat op in een erlenmeyer.

5.3.2. *Produkten van de groep B*

De chromatografie moet alleen worden uitgevoerd in het geval dat de resultaten van de metingen van de extinctie volgens 5.4.2 niet beantwoorden aan het gestelde onder 5.4.2.

Indien het nodig blijkt te chromatograferen wordt een aliquot deel van de onder 5.2 verkregen petroleumetheroplossing, dat ca. 500 IE retinol bevat op de chromatografiekolom gebracht. Het chromatograferen gebeurt vervolgens als beschreven onder 5.3.1.

5.4. *Meting van de extinctie*

5.4.1. *Produkten van groep A*

Damp het onder 5.3.1 verkregen retinol-eluaat in tot droog onder vacuum. Neem het residu op in 2 ml benzeen (3.14). Pipetteer van deze oplossing 0,3 ml en voeg 3 ml van het reagens volgens Carr-Price (3.16) toe. De kleur slaat om naar blauw. Meet de extinctie van de vloeistof precies 30 sec. na het begin van de reactie met behulp van de spectrofotometer bij 610 nm. Het gehalte aan retinol wordt berekend aan de hand van een ijkkurve die wordt opgesteld door benzeenoplossingen met toenemende concentraties van de retinol-standaard te behandelen met het reagens volgens Carr-Price (2 tot 16 IE retinol-standaard (3.17) per 0,3 ml benzeen (3.14) + 3 ml reagens volgens Carr-Price (3.16)). De ijkkurve moet regelmatig en met korte tussenpozen worden gecontroleerd met behulp van de standaard en van een vers bereide oplossing van het reagens volgens Carr-Price.

5.4.2. *Produkten van groep B*

Pipetteer een aliquot deel van de oplossing in petroleumether, verkregen volgens 5.2 dat ongeveer 200 IE retinol bevat. Damp in tot droog onder vacuum en neem het residu op in 25 ml isopropanol (3.18). Meet met behulp van de spectrofotometer de extinctie bij 325, 310 en 334 nm. Het gehalte aan retinol van de oplossing wordt berekend als volgt:

$$E_{325} \cdot 18{,}30 = \text{IE retinol/ml}$$

De verhouding van de extincties

$$E_{310} : E_{325} \text{ en } E_{334} : E_{325}$$

moet echter bij benadering 6 : 7 = 0,857 zijn.

Indien een van deze verhoudingen aanmerkelijk afwijkt van deze waarde (<0,830 of >0,880) dan moet de meting van de extincties worden voorafgegaan door een chromatografie volgens de onder 5.3.2 aangegeven werkwijze. Indien uit de meting van de extincties na chromatograferen blijkt dat de bovengenoemde verhoudingen nog steeds aanmerkelijk afwijken van de waarde 0,857 (<0,830 of >0,880) dan moet de bepaling worden uitgevoerd volgens de werkwijze die is aangegeven voor de produkten van groep A.

6. Berekening van de resultaten

Het gehalte aan retinol van het monster wordt berekend op grond van de hoeveelheid afgewogen materiaal en van de verdunningen die in de loop van de analyse zijn uitgevoerd. Het resultaat wordt uitgedrukt in IE retinol per kg.

---

(1) Het caroteengehalte kan worden bepaald door meting van de extinctie bij 450 nm; $E \frac{1\,\%}{1\text{ cm}} = 2\,600$.

Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van een bepaling in tweevoud aan hetzelfde monster mag niet meer bedragen dan:

— 20 % relatief voor gehalten aan retinol beneden 75 000 IE/kg,

— 15 000 IE absoluut voor gehalten tussen 75 000 en 150 000 IE/kg,

— 10 % relatief voor gehalten tussen 150 000 en 250 000 IE/kg,

— 25 000 IE absoluut voor gehalten tussen 250 000 en 500 000 IE/kg,

— 5 % relatief voor gehalten boven 500 000 IE/kg.

2. BEPALING VAN THIAMINE (ANEURINE, VITAMINE B_1)

1. Doel en toepassingsgebied

Met behulp van deze methode is het mogelijk thiamine (aneurine, vitamine B_1) te bepalen in veevoeders, concentraten en voormengsels. De ondergrens van de bepaling ligt bij 5 dpm.

2. Principe

Het monster wordt behandeld met warm verdund zwavelzuur en vervolgens langs enzymatische weg gehydroliseerd. De verkregen oplossing wordt in alkalisch milieu geoxideerd. Het gevormde thiochroom wordt met isobutanol geextraheerd en fluorimetrisch bepaald.

3. Reagentia

3.1. Thiamine-standaardoplossing 100 µg/ml: Los op 112,3 zuiver thiaminehydrochloride die van tevoren onder vacuum tot constant gewicht gedroogd is, in 1 000 ml zwavelzuur oplossing 0,2 N (3.2). Deze oplossing kan, mits koel en onder uitsluiting van licht, gedurende een maand bewaard worden.

3.2. Zwavelzuuroplossing 0,2 N

3.3. Natriummetabisulfiet, $Na_2S_2O_5$, zuiver

3.4. Kaliumhexacyanoferraat (III) oplossing 20 % (g/v) p.a.

3.5. Kaliumhydroxyde-oplossing 25 % (g/v) p.a.

3.6. Oxidatie-mengsel: meng 2 ml kaliumhexacyanoferraat (III) oplossing 3.4) met 48 ml kaliumhydroxide-oplossing (3.5). Dit mengsel is niet langer dan 4 uur bruikbaar.

3.7. Isobutanol p.a.

3.8. Natriumacetaatoplossing 2,5 N

3.9. Multi-enzymepreparaat dat protease, fosfatase en amylase bevat (bijvoorbeeld Clarase)

3.10. Ethanol 96 % (v/v).

4. Apparatuur

4.1. Waterbad

4.2. Centrifuge (3 500 omw/min) met buizen van 30 tot 50 ml met ingeslepen stoppen.

4.3. Fluorimeter.

5. Uitvoering

5.1. *Enzymatische hydrolise*

Breng in twee maatkolven A en B van 250 ml gelijke hoeveelheden van het fijn gemaakte monster, die ongeveer 100 µg thiamine bevatten. Voeg toe in beide kolven 125 ml zwavelzuur (3.2). Pipetteer alleen in kolf A, 1 ml van de standaardoplossing (interne standaard).

Schud de kolven krachtig. Verwarm gedurende 15 min. in een kokend waterbad, schud nu en dan. Laat tot ca 45 °C afkoelen. Voeg dan toe in elke kolf 20 ml natriumacetaatoplossing (3.8) en 0,5 g multi-enzymepreparaat (3.9). Laat 20 min. bij kamertemperatuur staan. Voeg toe 20 ml natriumacetaatoplossing (3.8), vul aan met water, homogeniseer en filtreer. Vang de filtraten A en B op nadat de eerste 15 ml verwijderd zijn. Bereid hierna de volgende oplossingen.

5.1.1. *Blanco-oplossing T*

Pipetteer 5 ml van filtraat A in een centrifugebuis (4.2). Voeg toe ongeveer 10 mg natriumbisulfiet (3.3). Plaats daarna het buisje gedurende 15 min. in een kokend waterbad. Koel daarna af tot kamertemperatuur.

5.1.2. *Oplossingen A (interne standaard) en B (monster)*

Pipetteer 5 ml van filtraat A in een centrifugebuis (4.2) en 5 ml van filtraat B in een andere centrifugebuis (4.2).

5.2. *Oxidatie*

Voeg toe aan ieder van de oplossingen T, A en B 5 ml van het oxidatiemengsel (3.6) en na één min 10 ml isobutanol (3.7). Sluit de buizen af en schud krachtig gedurende 5 sec. Laat gedurende een min. staan en centrifugeer om de lagen te scheiden. Pipetteer vervolgens uit iedere centrifugebuis 5 ml van de bovenstaande isobutanolfase in een kolfje van 25 ml, vul aan met ethanol (3.10) en homogeniseer (extrakten, T, A en B).

5.3. *Meting van de intensiteit van de fluorescentie*

Voer de metingen uit bij de golflengte waarbij de fluorimeter de grootste uitslag geeft voor thiochroom. Bestraal bij ongeveer 365 nm. Meet nadat het instrument met behulp van het extract TC op nul ingesteld is, de intensiteit van de fluorescentie van de extracten A en B.

6. **Berekening van de resultaten**

Het gehalte aan thiamine van het monster in µg/kg wordt berekend met behulp van de volgende formule:

$$\frac{d \cdot b}{(a - b)\ c}$$

waarin:

a = intensiteit van de fluorescentie van het extract A (interne standaard)

b = intensiteit van de fluorescentie van het extract B (monster)

c = afgewogen hoeveelheid van het monster in g

d = hoeveelheid thiamine in µg toegevoegd aan het monster (interne standaard)

Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van een bepaling in tweevoud in hetzelfde monster mag niet meer bedragen dan:

10 % relatief voor gehalten van minder dan 500 dpm en

5 % relatief voor gehalten van 500 dpm en hoger.

3. BEPALING VAN ASCORBINEZUUR EN DESHYDROASCORBINEZUUR (VITAMINE C)

1. **Doel en toepasbaarheid**

Met behulp van deze methode is het mogelijk het totaal aan ascorbinezuur en dehydroascorbinezuur (vitamine C) te bepalen in veevoeders, concentraten en voormengsels. De ondergrens van de bepaling ligt bij 5 dpm. Al naar gelang van het vermoedelijke gehalte aan vitamine C worden de produkten onderverdeeld in twee groepen:

Groep A: gehalten van lager dan 10 g/kg,

Groep B: gehalten gelijk aan of hoger dan 10 g/kg.

2. **Principe**

Het monster wordt gesuspendeerd in een verdunde metafosforzuuroplossing en geëxtraheerd met chloroform. De waterfase wordt behandeld met 2,6-dichloorfenolindofenoloplossing om ascorbinezuur om te zetten in dehydroascorbinezuur, daarna wordt 2,4-dinitrofenylhydrazine-oplossing toegevoegd. Het hydrazon dat hierbij ontstaat wordt geëxtraheerd met een mengsel van ethylacetaat, ijsazijn en aceton. De oplossing wordt gechromatografeerd op een silicagelkolom, het eluaat wordt drooggedampt en het residu opgelost in verdund zwavelzuur. De extinctie van de oplossing wordt fotometrisch bepaald bij 509 nm.

Bij produkten van de groep A wordt het eluaat van de kolomchromatografie — ten einde het hydrazon te isoleren — aan een dunnelaagchromatografie onderworpen.

3. **Reagentia**

3.1. L-Ascorbinezuur-standaardoplossing 0,05 %:
Los 50 mg L-Ascorbinezuur p.a. op in ca 20 ml metafosforzuuroplossing (3.2), vul aan tot 100 ml. Bereid deze oplossing onmiddellijk vóór gebruik.

3.2. Metafosforzuuroplossing 10 % (g/v):
Maak 200 g metafosforzuur fijn in een mortier, los op in water en vul aan tot 2 000 ml. Bewaar deze oplossing bij een temperatuur van 4 °C. Zij is een week bruikbaar.

3.3. Chloroform p.a.

3.4. 2,6-Dichloorfenolindofenoloplossing 0,5 % (g/v). Ga uit van het p.a. reagens en bereid direct voor het gebruik.

3.5. Filtreerhulpmiddel (S. en S nr. 121 of gelijkwaardig)

3.6. 2,4-Dinitrofenylhydrazine-oplossing 2 % (g/v): los op 2 g 2,4-dinitrofenylhydrazine in 100 ml zwavelzuuroplossing (vul 25 ml zwavelzuur p.a. (d: 1,84) met water aan tot 100 ml). Deze oplossing is, mits koel bewaard, een week bruikbaar.

3.7. Stikstof of

3.8. Kooldioxide

3.9. Mengsel van ethylacetaat p.a./ijsazijn/aceton p.a.: 96:2:2 (v/v/v)

3.10. Mengsel van dichloormethaan p.a./ijsazijn: 97:3 (v/v)

3.11. Silicagel, deeltjesgrootte: 0,05 tot 0,2 mm

3.12. Silicagel H, volgens Stahl, voor dunnelaagchromatografie

3.13. Verdund zwavelzuur: Breng 105 ml in een maatkolf van 200 ml, vul aan met zwavelzuur p.a. (d: 1,84)

3.14. Loopvloeistof voor de dunnelaagchromatografie:
Meng 75 ml diethylether p.a. met 25 ml ethylacetaat p.a. 4,0 ml ijsazijn 96 % p.a. (g/v). Bereid dit loopmiddel opnieuw na twee of driemalig gebruik.

4. **Apparatuur**

4.1. Waterbad, met ultrathermostaat, ingesteld op 20 °C.

4.2. Centrifuge (3 500 omw/min), met buizen van 40 à 50 ml die voorzien zijn van ingeslepen stoppen.

4.3. Vacuum rotatieverdamper, met bijbehorende kolven van 250 ml.

4.4. Glazen chromatografiebuizen (lengte: 100 mm, binnendiameter: 20 mm), voorzien van plaat van gesinterd glas (bijv. Allihn-buizen).

4.5. Spectrofotometer of filterfotometer met kuvetten van 10 mm optimale weglengte.

4.6. Apparatuur voor dunnelaagchromatografie, waaronder silicagelplaten met laagdikte van het silicagel H (3.12) van 0,5 à 0,6 mm (fabriekmatig gemaakte platen zijn geschikt). De platen worden 2,5 à 3 uur bij 120 à 130 °C in de droogstof gedroogd en na afkoelen ten minste 24 uur voor het gebruik in een exsiccator bewaard.

4.7. Droogstoof, ingesteld op 120 à 130 °C.

5. **Uitvoering**

5.1. *Extractie*

Breng in twee maatkolven A en B van 250 ml met ingeslepen stoppen gelijke hoeveelheden van het fijngemaakte monster die circa 200 µg vitamine C bevatten. Voeg toe *aan kolf A* 0,4 ml van de standaardoplossing (3.1) en meng door licht te schudden (interne standaard). Voeg toe aan beide kolven 30 ml chloroform (3.3) en 25 ml van de metafosforzuuroplossing (3.2) van 4 °C. Schud een korte tijd en laat de kolven gedurende 10 à 15 min. staan. Voeg aan beide kolven 25 ml water toe en schud, na afsluiten, vervolgens gedurende 10 sec. Laat vervolgens 10 à 15 min. staan in het waterbad (4.1). Centrifugeer ten einde de waterige fase van de chloroformfase te scheiden. De waterige extracten A (interne standaard) en B worden beiden als volgt behandeld.

5.2. *Oxidatie*

Pipetteer 40 ml van de volgens 5.1 verkregen bovenstaande, enigszins troebele oplossing in een reageerbuis met ingeslepen stop. Voeg toe 0,5 à 1 ml van de 2,6-dichloorfenolindofenoloplossing (3.4) en meng. De vloeistof is dan rood gekleurd en moet ten minste 15 min roodgekleurd blijven. Voeg daarna toe ca. 300 mg filtreerhulpmiddel (3.5), schud en filtreer over een droog vouwfilter. Het filtraat hoeft niet helder te zijn.

5.3. *Reactie met 2.4-dinitrofenylhydrazine en extractie van het hydrazon*

Pipetteer 10 ml van het volgens 5.2 verkregen filtraat in een centrifugebuis (4.2), voeg toe 2 ml 2.4-dinitrofenylhydrazine-oplossing (3.6) en meng. Spoel de buis even met stikstof (3.7) of koolzuur (3.8), sluit de buis af en plaats hem gedurende 15 uur in het waterbad (4.1).

Voeg daarna toe 3 ml water, 20 ml van het mengsel van ethylacetaat, ijsazijn en aceton (3.9) en ca. 800 mg van het filtreerhulpmiddel (3.5). Sluit de buis af, schud krachtig gedurende 30 sec. en centrifugeer. Pipetteer 15 ml van de heldere bovenstaande fase in een indampkolf en damp in een rotatieverdamper (4.3) onder verminderde druk tot een olieachtig residu in. Neem dit op onder verwarming bij 50 °C in 2 ml van het mengsel van ethylacetaat, ijsazijn en aceton (3.9).

Laat afkoelen en voeg toe 10 ml van het mengsel van dichloormethaan en ijsazijn (3.10) en homogeniseer.

5.4. *Kolomchromatografie*

Vul een chromatografiebuis (4.4) tot een hoogte van 30 mm met het mengsel van dichloormethaan en ijsazijn (3.10). Suspendeer door krachtig schudden 5 g silicagel in 30 ml van het mengsel van dichloormethaan en ijsazijn (3.10). Giet de suspensie in de buis, laat bezinken en verdicht het silicagel door toepassing van een geringe stikstof (3.7) — overdruk.

Breng de volgens 5.3 verkregen oplossing op de kolom, spoel de kolf na met een kleine hoeveelheid van het mengsel van dichloormethaan en ijsazijn (3.10), breng over op de kolom en vul de buis met hetzelfde mengsel (3.10) en was zolang (3 à 4 maal met ca. 5 ml) tot het eluaat kleurloos is. Verwijder de geelgekleurde fractie.

Elueer de roodachtig gekleurde band bovenaan de kolom met het mengsel van ethylacetaat, ijsazijn en aceton (3.9), van het eluaat op en damp dit vervolgens tot droog in.

5.4.1. *Voor de produkten van groep A (vitamine C-gehalten van minder dan 10 g/kg)*

Los het residu op in 2,0 ml van het mengsel van ethylacetaat, ijsazijn en aceton (3.9) en voer onmiddellijk de dunnelaagchromatografie uit als beschreven onder 5.5.

5.4.2. *Voor produkten van groep B (vitamine C-gehalten gelijk aan of hoger dan 10 g/kg)*

Neem het olie-achtige residu op in 4,0 ml verdund zwavelzuur (3.13) en schud krachtig ten einde het residu volledig op te lossen. De meting van de extinctie vindt plaats zoals aangegeven onder 5.6.

5.5. *Dunnelaagchromatografie*

Voer het onderstaande in tweevoud uit. Breng 0,5 ml van de oplossing verkregen volgens 5.4.1, streepvormig op de plaat voor dunnelaagchromatografie (4.6) aan. Chromatografeer vervolgens met behulp van de loopvloeistof (3.14) in een kamer, die van tevoren tot verzadiging gebracht is, gedurende ten minste 20 min totdat een goede scheiding van het rosegekleurde hydrazon bereikt is. Laat de plaat aan de lucht droog worden. Baken de rosa band af, krab hem met een spatel af en breng het poeder kwantitatief in een chromatografiebuis (4.4) over.

Elueer achtereenvolgens eenmaal met 2 ml en tweemaal met 1,5 ml van het mengsel van ethylacetaat, ijsazijn en aceton (3.9). Vang het eluaat op in een kleine kolf (de laatste fractie moet kleurloos zijn). Damp in tot droog, neem het olieachtige residu op in 4,0 ml verdund zwavelzuur (3.13). schud krachtig ten einde het residu geheel op te lossen en meet vervolgens de extinctie.

5.6. *Meting van de extinctie*

Bepaal de extinctie fotometrisch bij 509 nm 20 à 30 min. na het in oplossing brengen van het residu in zwavelzuur. Voer de meting uit tegen verdund zwavelzuur (3.13).

5.7. *Blanco*

Als blanco bepaling wordt de gehele analyse uitgevoerd zonder monster.

6. **Berekening van de resultaten**

Bereken het gehalte aan vitamine C in het monster, uitgedrukt in g/kg, aan de hand van de volgende formule:

$$\frac{(c - a) \cdot 2}{(b - c) \cdot 10\ d}$$

waarin:

a = extinctie van de blanco

b = extinctie van de interne standaardoplossing

c = extinctie van de monsteroplossing

d = gewicht van het afgewogen monster in grammen.

Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van een bepaling in tweevoud in hetzelfde monster mag niet meer bedragen dan:

10 % relatief bij gehalten van minder dan 10 g/kg

5 % relatief bij gehalten van 10 g/kg of hoger.

RICHTLIJN VAN DE COMMISSIE

van 5 december 1972

houdende wijziging van de tweede richtlijn van de Commissie van 18 november 1971 betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders

(73/47/EEG)

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap,

Gelet op de richtlijn van de Raad van 20 juli 1970 betreffende invoering van gemeenschappelijke bemonsterings- en analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders [1], gewijzigd bij richtlijn van 20 juli 1972 [2], inzonderheid op artikel 2,

Overwegende dat de Commissie op 18 november 1971 de tweede richtlijn heeft vastgesteld betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders [3];

Overwegende dat deze richtlijn in deel 1 van de bijlage een methode voorschrijft voor de bepaling van vocht, die onder andere voor het onderzoek van dierlijke en plantaardige vetten en oliën toepasbaar is;

Overwegende dat de bepaling van vocht in dierlijke en plantaardige vetten en oliën vanaf 1 januari 1974 volgens een methode zal moeten geschieden die verschilt van die van de vierde richtlijn van de Commissie houdende vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders;

Overwegende dat het daarom dienstig is de verplichting op te heffen om bij de analyse van dierlijke en plantaardige vetten en oliën de methode voor de bepaling van vocht toe te passen zoals die in de tweede richtlijn is vastgesteld;

Overwegende dat de in deze richtlijn vervatte maatregelen in overeenstemming zijn met het advies van het Permanent Comité voor veevoeders,

HEEFT DE VOLGENDE RICHTLIJN VASTGESTELD:

Artikel 1

De tweede richtlijn van de Commissie betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders wordt gewijzigd als volgt:

In deel 1 van de bijlage, onder punt 1 wordt de tekst van de tweede zin van de eerste alinea vervangen door de volgende tekst:

„Het heeft geen betrekking op het onderzoek van melkprodukten als enkelvoudig veevoeder, van mineralen en mengsels die overwegend uit mineralen bestaan, het onderzoek van dierlijke en plantaardige vetten en oliën, evenals het onderzoek van oliehoudende zaden en vruchten omschreven in Verordening nr. 136/66/EEG van de Raad van 22 september 1966 houdende de tot standbrenging van een gemeenschappelijke ordening der markten in de sektor oliën en vetten [1]."

Artikel 2

De Lid-Staten doen uiterlijk op 1 januari 1973 de nodige wettelijke of bestuursrechtelijke bepalingen in werking treden ten einde hun wetgeving in overeenstemming te brengen met deze richtlijn. Zijn stellen de Commissie onverwijld hiervan in kennis.

Artikel 3

Deze richtlijn is gericht tot de Lid-Staten.

Gedaan te Brussel, 5 december 1972.

Voor de Commissie

De Voorzitter

S. L. MANSHOLT

---

[1] PB nr. L 170 van 3. 8. 1970, blz. 2.
[2] PB nr. L 171 van 29. 7. 1972, blz. 39.
[3] PB nr. L 279 van 20. 12. 1971, blz. 7.

BESCHIKKING VAN DE COMMISSIE

van 4 januari 1973

tot verlenging van de goedkeuring van twee bijzondere tarieven voor het vervoer per spoor van Lotharings ijzererts naar België en Luxemburg

(Slechts de tekst in de Franse taal is authentiek)

(73/48/EGKS)

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Gemeenschap voor Kolen en Staal (E.G.K.S.), en met name op de artikelen 2 tot en met 5, en 70,

Gelet op de Beschikking van de Commissie van de Europese Gemeenschappen nr. 68/349/EGKS van 31 juli 1968 houdende goedkeuring van een bijzonder tarief voor het vervoer per spoor van ijzererts uit Lotharingen naar België [1],

Gelet op de Beschikking van de Commissie van de Europese Gemeenschappen nr. 69/268/EGKS van 23 juli 1969 houdende goedkeuring van een bijzonder tarief voor het vervoer per spoor van Lotharings ijzererts naar Luxemburg [2],

Overwegende dat de Franse Regering bij brief nr. 1757 van 31 december 1971 van haar Permanente Vertegenwoordiging bij de Europese Gemeenschappen heeft verzocht om verlenging van de bij bovengenoemde beschikkingen van de Commissie verleende goedkeuring van respectievelijk het Frans-Belgische vervoertarief nr. 3232, deel III, en het Frans-Luxemburgse vervoertarief nr. 3530, deel III A, en dat de Luxemburgse Regering bij brief nr. 17.2.31 van 30 november 1971 van haar Permanente Vertegenwoordiging een soortgelijk verzoek heeft ingediend voor vervoertarief nr. 3530, deel III A;

Overwegende dat de Commissie van de Europese Gemeenschappen overeenkomstig artikel 70, lid 4, van het E.G.K.S.-Verdrag bij bovenvermelde beschikkingen beide voornoemde bijzondere tarieven voor het vervoer per spoor van Lotharings ijzererts naar België en Luxemburg heeft goedgekeurd nadat zij had geconstateerd dat die tarieven in overeenstemming zijn met het E.G.K.S.-Verdrag; dat deze beoordeling gebaseerd was op het bijzonder belang van de tariefvermindering voor de betrokken spoorwegen en op de te verwaarlozen invloed van deze tarieven op de normale concurrentievoorwaarden op de betrokken markten van de kolen- en staalsector; dat voorts uit het oogpunt van de sociale doelstellingen van het E.G.K.S.-Verdrag werd erkend dat de tarieven objectief gezien kunnen bijdragen tot verbetering van de levens- en arbeidsvoorwaarden van de werknemers van de Lotharingse ijzerertsmijnen;

Overwegende dat beide tarieven het mogelijk hebben gemaakt de teruggang van de uitvoer van Lotharings ijzererts naar België en Luxemburg te stuiten en het volume van het vervoer per spoor ongeveer op het niveau te handhaven waarop het zich bevond toen met de toepassing van de bijzondere tarieven een aanvang werd gemaakt;

Overwegende dat de Franse en de Luxemburgse Regering ter ondersteuning van hun verzoek om verlenging van de goedkeuring van deze beide tarieven dan ook aanvoeren dat de tariefverminderingen, aangepast overeenkomstig de algemene prijsverhoging welke zich intussen heeft voorgedaan, nog steeds belang hebben voor de SNCF en de CFL; dat het Lotharings ijzererts nog steeds concurrentie ondervindt van beter en goedkoper erts dat langs andere wegen en met toepassing van andere vervoertechnieken aan de verbruikers in België en Luxemburg kan worden geleverd; dat deze concurrentie de laatste tijd nog is toegenomen; dat als gevolg daarvan de afzet van het Lotharingse erts binnen de Gemeenschap hoe langer hoe moeilijker zou worden indien de prijzen voor het vervoer van dit erts niet worden verminderd;

Overwegende dat de omstandigheden die aanleiding hebben gegeven tot het verlenen van de goedkeuring van de Commissie nog steeds aanwezig zijn en dat de gevolgen van de tariefmaatregelen niet in strijd zijn met de beginselen van het Verdrag; dat met name de toepassing van de tariefmaatregelen in het belang is van de vervoerders en de werking van de gemeenschappelijke markt niet ongunstig heeft beïnvloed;

Overwegende dat de Commissie zich de mogelijkheid moet voorbehouden haar beschikking te allen tijde te herzien indien de feitelijke omstandigheden waarop deze berust zich zouden hebben gewijzigd of niet

[1] PB nr. L 230 van 19. 9. 1968, blz. 8.
[2] PB nr. L 220 van 1. 9. 1969, blz. 5.

meer aanwezig zouden zijn; dat zij het, zelfs indien een dergelijke ontwikkeling zich niet voordoet, noodzakelijk acht deze tariefmaatregelen en de goedkeuring ervan binnen een termijn van ten hoogste twee jaar opnieuw te bezien; dat de duur van de goedkeuring bijgevolg dient te worden beperkt,

HEEFT DE VOLGENDE BESCHIKKING GEGEVEN:

Artikel 1

De goedkeuring van de bijzondere tariefmaatregelen voor het vervoer per spoor van Lotharings ijzererts naar België en Luxemburg, welke vervat zijn in het Frans-Belgische tarief nr. 3232, deel III, en het Frans-Luxemburgse tarief nr. 3530, deel III A, blijft gehandhaafd tot en met 31 december 1974.

Artikel 2

Deze beschikking zal worden gewijzigd of ingetrokken indien de Commissie vaststelt dat zij niet langer gerechtvaardigd is.

Artikel 3

Deze beschikking is gericht tot de Franse Republiek en, wat betreft het Frans-Luxemburgse tarief nr. 3530, deel III A, tot het Groothertogdom Luxemburg.

Gedaan te Brussel, 4 januari 1973.

Voor de Commissie

De Voorzitter

S. L. MANSHOLT

BESCHIKKING VAN DE COMMISSIE

van 4 januari 1973

houdende goedkeuring van drie bijzondere tarieven voor het vervoer per spoor van Westfrans ijzererts naar België, Luxemburg en Saarland

(Slechts de tekst in de Franse taal is authentiek)

(73/49/EGKS)

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Gemeenschap voor Kolen en Staal (E.G.K.S.), en met name op de artikelen 2 tot en met 5, en 70,

Overwegende dat de Franse Regering bij brief nr. 1329 van 5 november 1970 van haar Permanente Vertegenwoordiging bij de Europese Gemeenschappen overeenkomstig artikel 70, lid 4, van het E.G.K.S.-Verdrag de Commissie van de Europese Gemeenschappen om goedkeuring heeft verzocht van de toepassing van de in het Frans-Luxemburgse vervoertarief nr. 3530-05 vervatte tariefvermindering voor het vervoer van ijzererts over het onder de Société nationale des chemins de fer français (SNCF) ressorterende gedeelte van het traject Rougé — Rodange;

Overwegende dat de Luxemburgse Regering bij brief nr. 7.2.31 van 14 december 1970 van haar Permanente Vertegenwoordiging bij de Europese Gemeenschappen om goedkeuring heeft verzocht van de toepassing van een tariefvermindering over het onder de chemins de fer luxembourgeois (CFL) ressorterende gedeelte van het betrokken traject;

Overwegende dat de Franse Regering bij brief van 29 december 1971, ref. OA/mj, van haar Permanente Vertegenwoordiging bij de Europese Gemeenschappen haar brief van 5 november 1970 heeft bevestigd en bovendien om goedkeuring heeft verzocht van de toepassing op het vervoer van Westfrans ijzererts uit de mijnen Rougé, Segré en Halouze naar België van het Frans-Belgische tarief nr. 3232-01, op het vervoer over een nieuwe relatie naar Luxemburg van tarief nr. 3530-05 en op het vervoer naar Saarland van het Frans-Duitse tarief nr. 3101, deel III, schalen nrs. 2 a) en 2 b);

Overwegende dat de Franse en de Luxemburgse Regering ter motivering van de tariefverminderingen het belang van de spoorwegen aanvoeren bij het behoud van een belangrijk vervoer; dat zonder de tariefmaatregelen het ijzererts uit de Westfranse mijnen niet kan concurreren met het rijkere erts dat via andere wegen wordt aangevoerd; dat bijgevolg, vooral na de algemene verhogingen van de SNCF-tarieven, het risico bestaat dat de ijzer- en staalondernemingen in België, Luxemburg en Saarland in nog grotere hoeveelheden erts van andere herkomst zullen gaan gebruiken; dat zulks bevestigd wordt door de ontwikkeling van het verkeer aangezien het volume waarop de desbetreffende tariefmaatregelen van toepassing zijn van 500 000 ton in 1970 (200 000 ton naar België, 88 000 ton naar Luxemburg en 220 000 ton naar Saarland) is teruggelopen tot ongeveer 330 000 ton in 1971; dat dit vervoer ondanks de tariefverminderingen nog rendabel zou blijven voor de spoorwegen en tot verbetering van hun financiële exploitatieresultaten zou bijdragen;

Overwegende dat artikel 70, lid 4, van het E.G.K.S.-Verdrag de toepassing van bijzondere vervoertarieven die voordeel opleveren voor bepaalde kolen- of staalproducerende ondernemingen onderwerpt aan voorafgaande goedkeuring van de Commissie; dat deze bepaling niet alleen betrekking heeft op bijzondere tarieven welke in het belang van die ondernemingen worden toegepast, maar op alle bijzondere tarieven die, ongeacht het motief van hun toepassing, objectief gezien voor een of meer van die ondernemingen voordeel opleveren; dat de Commissie verplicht is haar goedkeuring te verlenen wanneer de bijzondere tarieven in overeenstemming zijn met de beginselen van het Verdrag en dat deze overeenstemming telkens in beginsel moet worden aangenomen wanneer en voor zover het bijzondere tarief is gerechtvaardigd door de specifieke omstandigheden op de vervoermarkt; dat het belang van een vervoerder bij de toepassing van een bijzonder tarief met het oog op het in stand houden van een bepaalde vervoerstroom echter niet meer in aanmerking mag worden genomen zodra de goede werking van de gemeenschappelijke markt voor Kolen en Staal, zoals deze omschreven is in de bepalingen van het E.G.K.S.-Verdrag, dit vereist;

Overwegende dat de betrokken tariefmaatregelen wegens hun beperkte toepassingsgebied en het feit dat zij objectief gezien voordeel opleveren voor de mijnen Halouze, Segré en Rougé onder artikel 70, lid 4, van het E.G.K.S.-Verdrag vallen;

Overwegende, dat in het onderhavige geval ten aanzien van het belang van de spoorwegen, inderdaad het risico bestaat dat het bedreigde vervoer geheel

verloren gaat wegens de mogelijkheid waarover de ijzer- en staalondernemingen beschikken erts van andere herkomst langs andere wegen te betrekken; dat de scherpte van deze concurrentie blijkt uit het feit dat de afzet van Westfrans ijzererts, ondanks de toegestane tariefverminderingen, sterk is afgenomen; dat het bedreigde vervoer niettemin omvangrijk en lonend blijft voor de spoorwegen, die dit vervoer niettemin omvangrijk en lonend blijft voor de spoorwegen, die dit vervoer onder gunstige omstandigheden met gesloten treinen en voor een deel volgens vooraf vastgestelde programma's uitvoeren;

Overwegende dat het onbetwistbare belang dat de tariefmaatregelen voor de spoorwegen hebben niet in strijd is met de goede werking van de gemeenschappelijke markt voor Kolen en Staal zoals deze in het E.G.K.S.-Verdrag is omschreven;

Overwegende dat de concurrentie tussen de ijzerertsproducenten van de Gemeenschap door de tarieven niet wordt verstoord; dat ander ijzererts uit de Gemeenschap de plaats niet kan innemen van het Westfranse ijzererts, waarvan de scheikundige samenstelling anders is en dat met ander ijzererts, met name met Lotharings erts, wordt gemengd;

Overwegende dat de concurrentiepositie van de in België, Luxemburg en Saarland gelegen ijzer- en staalondernemingen op de gemeenschappelijke markt door de toepassing van de bijzondere tarieven niet wordt gewijzigd, aangezien deze ondernemingen de mogelijkheid hebben om op ten minste even gunstige voorwaarden langs andere wegen erts te betrekken;

Overwegende dat de tarieven voorts bijdragen tot handhaving van de continuïteit van de werkgelegenheid in de mijngebieden van Normandië en de departementen Loire-Atlantique en Maine-et-Loire en daardoor tot vermijding van sociale spanningen in gebieden die als gevolg van hun zwakke economische structuur tot de Franse ontwikkelingsgebieden behoren;

Overwegende dat in de gegeven omstandigheden de tarieven in overeenstemming zijn met de beginselen van het E.G.K.S.-Verdrag;

Overwegende dat de Commissie zich de mogelijkheid moet voorbehouden haar beschikking te allen tijde te herzien indien de feitelijke omstandigheden waarop deze berust zich zouden hebben gewijzigd of niet meer aanwezig zouden zijn; dat zij het, zelfs indien een dergelijke ontwikkeling zich niet voordoet, noodzakelijk acht deze tariefmaatregelen en de goedkeuring ervan binnen een termijn van ten hoogste twee jaar opnieuw te bezien; dat de duur van de goedkeuring bijgevolg dient te worden beperkt,

HEEFT DE VOLGENDE BESCHIKKING GEGEVEN:

Artikel 1

De toepassing van het Frans-Belgische tarief nr. 3232-01, het Frans-Luxemburgse tarief nr. 3530-05 en het Frans-Duitse tarief nr. 3101, deel III, schalen 2 a) en 2 b), voor het vervoer van Westfrans ijzererts naar België, Luxemburg en Saarland, wordt goedgekeurd tot en met 31 december 1974.

Artikel 2

Deze beschikking zal worden gewijzigd of ingetrokken indien de Commissie vaststelt dat zij niet langer gerechtvaardigd is.

Artikel 3

Deze beschikking is gericht tot de Franse Republiek en, wat betreft het Frans-Luxemburgse tarief 3530-05, tot het Groothertogdom Luxemburg.

Gedaan te Brussel, 4 januari 1973.

Voor de Commissie

De Voorzitter

S. L. MANSHOLT

BESCHIKKING VAN DE COMMISSIE

van 8 februari 1973

tot toepassing van het bepaalde in artikel 3, lid 2, sub a), van Verordening (EEG) nr. 142/69 op twee Italiaanse suikerondernemingen

(Slechts de tekst in de Italiaanse taal is authentiek)

(73/50/EEG)

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap,

Gelet op Verordening (EEG) nr. 142/69 van de Commissie van 25 januari 1969 tot vaststelling van enkele uitvoeringsbepalingen welke noodzakelijk zijn voor de toepassing van het quotasysteem in de sector suiker [1], laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EEG) nr. 144/73 [2], en met name op artikel 3, lid 3,

Overwegende dat op 10 september 1971 de onderneming S.p.A. Zuccherificio del Molise met zetel in Bologna en een suikerfabriek in Termoli (Campobasso) en de onderneming S.p.A. Agricola Industriale Emiliana (AIE) met zetel eveneens in Bologna en een suikerfabriek in S. Pietro in Casale (Bologna) per brief gericht aan de Italiaanse Regering, hebben gevraagd om in aanmerking te mogen komen voor toepassing van het bepaalde in artikel 3, lid 2, sub a), van Verordening (EEG) nr. 142/69 en dat bijgevolg de hoeveelheid suiker geproduceerd door de fabriek van S. Pietro in Casale in het raam van een loonwerkovereenkomst met de onderneming S.p.A. Zuccherificio del Molise zou worden beschouwd als produktie van laatstgenoemde onderneming; dat de aanvragers hun verzoek om toepassing van die bepalingen hebben gemotiveerd met de omstandigheid dat in het continudiffusiesysteem van de suikerfabriek te Termoli onherstelbare beschadigingen tijdens de fabricage waren opgetreden;

Overwegende dat de Commissie bij beschikking van 1 februari 1972 de aanvraag van de beide ondernemingen heeft verworpen; dat deze beschikking echter later bij beschikking van 13 oktober 1972 werd ingetrokken;

Overwegende dat de Italiaanse Republiek de in artikel 3, lid 3, van Verordening (EEG) nr. 142/69 voorgeschreven controle heeft uitgevoerd; dat de Commissie in overeenstemming met deze Lid-Staat aanvullende gegevens heeft verzameld;

Overwegende dat de moeilijkheden bij de produktie van de suikerfabriek te Termoli gedurende het verkoopseizoen voor suiker 1971/1972 niet voorspelbaar en onontkoombaar lijken en dat zij niet de opdrachtgevende onderneming kunnen worden aangerekend;

Overwegende dat het in het licht van de uitgevoerde controle schijnt dat voornoemde produktiemoeilijkheden de opdrachtgevende onderneming ertoe brachten een bepaalde hoeveelheid suikerbieten welke zij had gekocht, voor haar rekening door een andere onderneming te laten verwerken; dat uit deze hoeveelheid bieten 4 321,251 ton witte suiker werd geproduceerd;

Overwegende dat onder deze omstandigheden een gunstig gevolg gegeven kan worden aan het verzoek van beide ondernemingen;

Overwegende dat de in deze beschikking vervatte maatregelen in overeenstemming zijn met het advies van het Comité van beheer voor suiker,

HEEFT DE VOLGENDE BESCHIKKING GEGEVEN:

Artikel 1

Het bepaalde in artikel 3, lid 2, sub a), van Verordening (EEG) nr. 142/69 is toepasselijk op 4 321,251 ton witte suiker geproduceerd in het kader van de loonwerkovereenkomst gesloten tussen de onderneming S.p.A. Zuccherificio del Molise, opdrachtgever en de onderneming S.p.A. Agricola Industriale Emiliana, verwerker, van welke overeenkomst beide ondernemingen melding maakten in hun brieven van 10 september 1971 gericht aan de Italiaanse Regering.

Artikel 2

Deze beschikking is gericht tot de ondernemingen S.p.A. Zuccherificio del Molise en S.p.A. Agricola Industriale Emiliana, beide met zetel te Bologna, en tot de Italiaanse Republiek.

Gedaan te Brussel, 8 februari 1973.

Voor de Commissie

De Voorzitter

François-Xavier ORTOLI

---

[1] PB nr. L 20 van 27. 1. 1969, blz. 1.

[2] PB nr. L 18 van 23. 1. 1973, blz. 13.

BESCHIKKING VAN DE COMMISSIE

van 8 februari 1973

tot wijziging van de beschikking van de Commissie van 22 december 1972 houdende machtiging voor de Bondsrepubliek Duitsland tot de verkoop van boter tegen verlaagde prijs in de vorm van boterconcentraat

(Slechts de tekst in de Duitse taal is authentiek)

(73/51/EEG)

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap,

Gelet op Verordening (EEG) nr. 804/68 van de Raad van 27 juni 1968 houdende een gemeenschappelijke ordening der markten in de sector melk en zuivelprodukten [1], laatstelijk gewijzigd door de Akte [2], die is gevoegd bij het Verdrag betreffende de toetreding van nieuwe Lid-Staten tot de Europese Economische Gemeenschap en de Europese Gemeenschap voor Atoomenergie [3], ondertekend te Brussel op 22 januari 1972, met name op artikel 6, lid 7,

Gelet op Verordening (EEG) nr. 985/68 van de Raad van 15 juli 1968 houdende vaststelling van de algemene voorschriften betreffende de interventiemaatregelen op de markt voor boter en room [4], laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EEG) nr. 2714/72 [5], met name op artikel 7 bis,

Overwegende dat in de beschikking van de Commissie van 22 december 1972 houdende machtiging voor de Bondsrepubliek Duitsland tot de verkoop van boter tegen verlaagde prijs in de vorm van boterconcentraat [6] de door deze Lid-Staat te gebruiken hoeveelheid boter op 6 000 ton wordt vastgesteld op basis van voorgaande acties;

Overwegende dat het, ten gevolge van de vertraging die is opgetreden bij de inwerkingtreding van deze maatregelen en eveneens met het oog op de toepassingsduur, die is begrensd tot en met 31 maart 1973, derhalve aanbeveling verdient de aanvankelijk bepaalde hoeveelheid aan te passen;

Overwegende dat de in deze beschikking vervatte maatregelen in overeenstemming zijn met het advies van het Comité van beheer voor melk en zuivelprodukten,

HEEFT DE VOLGENDE BESCHIKKING GEGEVEN:

Artikel 1

De woorden „6 000 ton", die voorkomen in artikel 1 van de beschikking van de Commissie van 22 december 1972, worden vervangen door de woorden „4 000 ton".

Artikel 2

Deze beschikking is gericht tot de Bondsrepubliek Duitsland.

Gedaan te Brussel, 8 februari 1973.

Voor de Commissie

De Voorzitter

François-Xavier ORTOLI

---

(1) PB nr. L 148 van 28. 6. 1968, blz. 13.
(2) PB nr. L 73 van 27. 3. 1972, blz. 14.
(3) PB nr. L 73 van 27. 3. 1972, blz. 5.
(4) PB nr. L 169 van 18. 7. 1968, blz. 1.
(5) PB nr. L 291 van 28. 12. 1972, blz. 15.
(6) PB nr. L 303 van 31. 12. 1972, blz. 41.

BESCHIKKING VAN DE COMMISSIE

van 21 februari 1973

om geen gevolg te geven aan de drieëntwintigste openbare deelinschrijving voor witte suiker gehouden in het kader van de permanente openbare inschrijving als bedoeld in Verordening (EEG) nr. 1897/72

(73/52/EEG)

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap,

Gelet op Verordening nr. 1009/67/EEG van de Raad van 18 december 1967 houdende een gemeenschappelijke ordening der markten in de sector suiker [1], laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EEG) nr. 174/73 [2], en met name op artikel 17, lid 4,

Overwegende dat de Lid-Staten krachtens Verordening (EEG) nr. 1897/72 van de Commissie van 1 september 1972 betreffende een permanente openbare inschrijving voor de bepaling van de restitutie bij uitvoer van witte suiker [3], laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EEG) nr. 2847/72 [4], tot het houden van openbare deelinschrijvingen voor uitvoer van witte suiker verplicht zijn;

Overwegende dat vervolgens de bepalingen van artikel 4, lid 3, van Verordening (EEG) nr. 766/68 van de Raad van 18 juni 1968 houdende vaststelling van de algemene voorschriften inzake de restitutie bij de uitvoer van suiker [5], laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EEG) nr. 433/72 [6], binnen drie werkdagen na afloop van de termijn voor indiening van de aanbiedingen en op basis van de binnengekomen aanbiedingen een maximumbedrag wordt bepaald van de restitutie voor de desbetreffende openbare deelinschrijving; dat voor de berekening van het maximumbedrag rekening wordt gehouden met de communautaire situatie op het gebied van voorziening en prijzen, van prijzen en afzetmogelijkheden op de wereldmarkt, evenals met de kosten die de uitvoer van suiker met zich meebrengt; dat volgens de bepalingen van artikel 6, lid 1, van Verordening (EEG) nr. 394/70 van de Commissie van 2 maart 1970 houdende vaststelling van uitvoeringsbepalingen inzake de restituties bij uitvoer van suiker [7], besloten kan worden om geen gevolg te geven aan de inschrijving;

Overwegende dat de in deze beschikking vervatte maatregelen in overeenstemming zijn met het advies van het Comité van beheer voor suiker,

HEEFT DE VOLGENDE BESCHIKKING GEGEVEN:

Artikel 1

Er is besloten geen gevolg te geven aan de drieëntwintigste openbare deelinschrijving gehouden krachtens Verordening (EEG) nr. 1897/72, waarvoor de termijn voor de indiening der aanbiedingen op 21 februari 1973 verstreek.

Artikel 2

Deze beschikking is gericht tot alle Lid-Staten.

Gedaan te Brussel, 21 februari 1973.

Voor de Commissie

P. J. LARDINOIS

Lid van de Commissie

---

(1) PB nr. 308 van 18. 12. 1967, blz. 1.
(2) PB nr. L 25 van 30. 1. 1973, blz. 1.
(3) PB nr. L 201 van 2. 9. 1972, blz. 8.
(4) PB nr. L 299 van 31. 12. 1972, blz. 4.
(5) PB nr. L 143 van 25. 6. 1968, blz. 6.
(6) PB nr. L 53 van 2. 3. 1972, blz. 1.
(7) PB nr. L 50 van 4. 3. 1970, blz. 1.

BESCHIKKING VAN DE COMMISSIE

van 26 februari 1973

betreffende de door de Lid-Staten toe te passen beschermende maatregelen tegen de blaasjesziekte bij varkens

(73/53/EEG)

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap,

Gelet op de richtlijn van de Raad van 26 juni 1964 inzake veterinairrechtelijke vraagstukken op het gebied van het intracommunautaire handelsverkeer in runderen en varkens [1], laatstelijk gewijzigd bij de richtlijn van de Raad van 7 februari 1972 [2], en met name op artikel 9,

Gelet op de richtlijn van de Raad van 26 juni 1964 inzake gezondheidsvraagstukken op het gebied van het intracommunautaire handelsverkeer in vers vlees [3], laatstelijk gewijzigd bij de richtlijn van de Raad van 27 oktober 1970 [4], en met name op artikel 8,

Overwegende dat de situatie welke is ontstaan door het optreden in de Gemeenschap van enkele haarden van de blaasjesziekte bij varkens gevaar voor de varkensstapel van de Gemeenschap kan opleveren; dat de Lid-Staten derhalve gegronde redenen hadden om met spoed bepaalde beschermende maatregelen te treffen;

Overwegende evenwel dat de ernst van deze ziekte en de snelheid waarmede zij zich verbreidt momenteel niet zodanig zijn dat zij invoerverboden of gedeeltelijke invoerverboden rechtvaardigen; dat het voldoende is dat de Lid-Staten van verzending, waar de blaasjesziekte bij varkens zich heeft voorgedaan, aan de Lid-Staten van bestemming dezelfde waarborgen verlenen als die welke zijn vastgelegd in de huidige communautaire voorschriften inzake mond- en klauwzeer, zulks ten einde elk risico van verbreiding van laatstgenoemde ziekte te vermijden; dat er immers een zekere analogie bestaat in de klinische uitingen van de eerste ziekteverschijnselen van de blaasjesziekte bij varkens en van mond- en klauwzeer;

Overwegende dat, ter uitvoering van de hierboven bedoelde communautaire regelingen, de door de betrokken Lid-Staten te treffen maatregelen in deze zin moeten worden gecoördineerd;

Overwegende dat de in deze beschikking vervatte maatregelen in overeenstemming zijn met het advies van het Permanent Veterinair Comité,

HEEFT DE VOLGENDE BESCHIKKING GEGEVEN:

Artikel 1

De Lid-Staten waar de blaasjesziekte bij varkens voorkomt verstrekken voor varkens en vers vlees van varkens die van hun grondgebied worden verzonden naar het grondgebied van een andere Lid-Staat, met betrekking tot voornoemde ziekte, waarborgen die gelijk zijn aan de waarborgen die zijn vastgesteld inzake mond- en klauwzeer bij de richtlijn van de Raad van 26 juni 1964 inzake veterinairrechtelijke vraagstukken op het gebied van het intracommunautaire handelsverkeer in runderen en varkens, laatstelijk gewijzigd bij de richtlijn van de Raad van 7 februari 1972, en met name de artikelen 2 sub i), 3, lid 2, sub b) en sub c) i) ii).

Artikel 2

Deze richtlijn is gericht tot de Lid-Staten.

Gedaan te Brussel, 26 februari 1973.

Voor de Commissie

De Voorzitter

François-Xavier ORTOLI

---

(1) PB nr. 121 van 29. 7. 1964, blz. 1977 en 2012/64.
(2) PB nr. L 38 van 12. 2. 1972, blz. 95.
(3) PB nr. 121 van 29. 7. 1964, blz. 2012/64.
(4) nr. L 239 van 30. 10. 1970, blz. 42.