

**Ministerie van Landsverdediging**

Krijgsmacht. Aanstelling in de graad van onderluitenant, bl. 13361. — Benoeming van tijdelijk onderluitenant, bl. 13362. — Leger. Luchtmacht. Speciale functie. Ontslag. Benoeming, bl. 13362. Centrale dienst voor sociale en culturele actie ten behoeve van de leden van de militaire gemeenschap. Beheerscomité. Benoeming, bl. 13362.

**Ministerie van Volksgezondheid en van het Gezin**

Ontslagverleningen, bl. 13362. — Benoemingen, bl. 13363. — Ministerieel besluit van 21 oktober 1982 tot wijziging en aanvulling van het ministerieel besluit van 29 april 1977 houdende reglement van het Ministerie van Volksgezondheid en van het Gezin, bl. 13363. — Ministerieel besluit van 27 augustus 1982 tot wijziging van het ministerieel besluit van 23 december 1977 houdende nieuwe indeling van de aan de farmaceutische inspecteurs toegewezen ambtsgebieden. Erratum, bl. 13363.

**Ministerie van het Brussels Gewest**

Gemeentepersoneel. Benoemingen. Vernietiging, bl. 13364. — Formatie. Niet-goedkeuring, bl. 13364. — Sint-Jans-Molenbeek. Beslissing van het schepencollege. Vernietiging, bl. 13364. — Schaerbeek. College van burgemeester en schepenen. Beslissing vernietigd, bl. 13364.

**Executieven — Ministerie van de Vlaamse Gemeenschap**

Provincie West-Vlaanderen. Lening. Goedkeuring, bl. 13364. — Provincie Oost-Vlaanderen. Leningen. Goedkeuring, bl. 13365. — Verenigingen van gemeenten. Tarieven. Goedkeuring, bl. 13365. — Leningen. Machtiging, bl. 13365.

**Officiële berichten**

Algemene staat der banken per 30 september 1982, bl. 13366.

**Ministerie van Verkeerswezen**

Bestuur van het Vervoer. Goedkeuring van de chassis van auto's, bl. 13368. — Goedkeuring van de chassis van voertuigen voor traag vervoer, bl. 13371. — Goedkeuring van de chassis van aanhangwagens en opleggers, bl. 13379.

**Ministerie van Financiën**

Administratie der Douane en Accijnzen. Bekendmaking gedaan ter uitvoering van artikel 10 van de algemene wet inzake douane en accijnzen. Algemene tariefpreferenties, bl. 13382. — Administratie van de BTW, Registratie en Domeinen. Vervreemding van onroerende domeingooderen. Bekendmakingen gedaan ter uitvoering van de wet van 31 mei 1923, bl. 13382. — Erfloze nalatenschap, bl. 13384.

**WETTEN, DECRETEN EN VERORDENINGEN****MINISTERIE VAN VOLKSGEZONDHEID  
EN VAN HET GEZIN**

N. 82 — 1705

16 SEPTEMBER 1982. — Koninklijk besluit tot vaststelling van de geldige referentiemethoden voor de bepaling van het gehalte aan erucazuur in eetbare oliën en vetten en in van deze waren afgeleide produkten

BOUDEWIJN, Koning der Belgen,

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

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

Gelet op de richtlijn van 25 juli 1980 van de Commissie van de Europese Gemeenschappen betreffende de communautaire analysemethode voor de bepaling van het gehalte aan erucazuur in oliën en vetten die als zodanig voor menselijke consumptie zijn bestemd, alsmede in levensmiddelen waaraan oliën of vetten zijn toegevoegd;

**Ministère de la Défense nationale**

Forces armées. Commission au grade de sous-lieutenant, p. 13361. — Nomination au grade de sous-lieutenant temporaire, p. 13362. — Armée. Force aérienne. Fonction spéciale. Démission. Nomination, p. 13362. — Office central d'action sociale et culturelle au profit des membres de la communauté militaire. Comité de gestion. Nomination, p. 13362.

**Ministère de la Santé publique et de la Famille**

Démissions, p. 13362. — Nominations, p. 13363. — Arrêté ministériel du 21 octobre 1982 modifiant et complétant l'arrêté ministériel du 29 avril 1977 portant règlement du Ministère de la Santé publique et de la Famille, p. 13363. — Arrêté ministériel du 27 août 1982 modifiant l'arrêté ministériel du 23 décembre 1977 redistribuant les circonscriptions dévolues aux inspecteurs de la pharmacie. Erratum, p. 13363.

**Ministère de la Région bruxelloise**

Personnel communal. Nominations. Annulation, p. 13364. — Cadre. Non-approbation, p. 13364. — Molenbeek-Saint-Jean. Délibération du collège échevinal. Annulation, p. 13364. — Schaerbeek. Délibération du collège des bourgmestre et échevins. Annulation, p. 13364.

**Exécutifs — Ministère de la Communauté flamande**

Province de Flandre occidentale. Emprunt. Approbation, p. 13364. — Province de Flandre orientale. Emprunts. Approbation, p. 13365. — Associations de communes. Tarifs. Approbation, p. 13365. — Emprunts. Autorisation, p. 13365.

**Avis officiels**

Situation globale des banques au 30 septembre 1982, p. 13366.

**Ministère des Communications**

Administration des Transports. Agréation des châssis de véhicules automobiles, p. 13368. — Agréation de châssis de véhicules légers, p. 13371. — Agréation de châssis de remorques et semi-remorques, p. 13379.

**Ministère des Finances**

Administration des Douanes et Accises. Publication faite en exécution de l'article 10 de la loi générale sur les douanes et accises. Préférences tarifaires généralisées, p. 13382. — Administration de la T.V.A., de l'Enregistrement et des Domaines. Aliénation d'immeubles domaniaux. Publications faites en exécution de la loi du 31 mai 1923, p. 13382. — Succession en déshérence, p. 13384.

**LOIS, DÉCRETS ET RÈGLEMENTS****MINISTÈRE DE LA SANTÉ PUBLIQUE  
ET DE LA FAMILLE**

F. 82 — 1705

16 SEPTEMBRE 1982. — Arrêté royal fixant les méthodes d'analyse de référence valables pour la détermination de la teneur en acide érucique des huiles et graisses comestibles et des produits dérivés de ces denrées

BAUDOUIN, Roi des Belges,

A tous, présents et à venir, Salut.

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

Vu la directive du 25 juillet 1980 de la Commission des Communautés européennes relative à la méthode d'analyse communautaire de détermination de la teneur en acide érucique dans les huiles et graisses destinées telles quelles à l'alimentation humaine ainsi que dans les denrées alimentaires additionnées d'huiles ou de graisses;

Gelet op de verordening (E.E.G.) nr. 1470/68 van 23 september 1968 van de Commissie van de Europese Gemeenschappen betreffende het nemen en het omzetten van monsters, alsmede betreffende het bepalen van het oliegehalte, het gehalte aan onzuiverheden en het vochtgehalte van oliehoudende zaken;

Gelet op de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973, inzonderheid op artikel 3, § 1, gewijzigd bij de wet van 9 augustus 1980;

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

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

Hebben Wij besloten en besluiten Wij :

**Artikel 1.** De enige geldige referentiemethoden voor de bepaling van het gehalte aan erucazuur in eetbare oliën en vetten en in van deze waren afgeleide produkten zijn vastgesteld in de bijlage van dit besluit.

**Art. 2.** Onze Minister van Sociale Zaken en Onze Staatssecretaris voor Volksgezondheid en Leefmilieu zijn belast met de uitvoering van dit besluit.

Gegeven te Brussel, 16 september 1982.

**BOUDEWIJN.**

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

De Staatssecretaris voor Volksgezondheid  
en Leefmilieu,  
F. AERTS

Bijlage

*Referentiemethoden van onderzoek voor de bepaling van het gehalte aan erucazuur in eetbare oliën en vetten en in van deze waren afgeleide produkten*

### I. EERSTE METHODE VAN VOORSELECTIE

#### 1. Doel en toepassingsgebied.

De methode laat het toe het gehalte aan docoseenzuren in eetbare oliën en vetten en in van deze waren afgeleide produkten te bepalen.

#### 2. Uitvoering.

De methode, beschreven in bijlage VI van Verordening (E.E.G.), nr. 1470/68 (\*) toepassen.

#### 3. Interpretatie van de resultaten.

Als het gehalte aan docoseenzuren, berekend op de vetzuren bepaald overeenkomstig de onder 2 bedoelde methode, 5 pct. niet overschrijdt, is een verdere bepaling niet vereist.

### II. TWEEDE METHODE VAN VOORSELECTIE

#### 1. Doel en toepassingsgebied.

De methode laat het toe het cis-docoseenzuurgehalte in eetbare oliën en vetten en in van deze waren afgeleide produkten te bepalen.

#### 2. Uitvoering.

De methode, beschreven in bijlage VI van Verordening (E.E.G.), nr. 1470/68 toepassen, waarbij gebruik wordt gemaakt van gas-vloeistofchromatografie op een zodanige wijze dat de cis- en transisomeren van docoseenzuren van elkaar worden gescheiden. Geschikte stationaire fasen voor deze chromatografie zijn bijvoorbeeld van het cyaanpropylpolysiloxaan type of vloeibare kristallen.

(\*) Verordening (E.E.G.), nr. 1470/68 van 23 september 1968 (Publikatieblad van de Europese Gemeenschappen, serie L, nr. 239 van 28 september 1968), gewijzigd inzonderheid door Verordening (E.E.G.), nr. 72/77 van 13 september 1977. (Publikatieblad van de Europese Gemeenschappen, serie L, nr. 12 van 15 januari 1977).

Vu le règlement (C.E.E.) n° 1470/68 de la Commission des Communautés européennes, du 23 septembre 1968, relatif à la prise et à la réduction des échantillons, ainsi qu'à la détermination de la teneur en huile, en impuretés et en humidité des graisses oléagineuses;

Vu les lois sur le Conseil d'Etat, coordonnées le 12 janvier 1973, notamment l'article 3, § 1er, modifié par la loi du 9 août 1980;

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

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

Nous avons arrêté et arrêtons :

**Article 1er.** Les seules méthodes d'analyse de référence valables pour la détermination de la teneur en acide érucique des huiles et graisses comestibles et des produits dérivés de ces denrées sont fixées à l'annexe du présent arrêté.

**Art. 2.** Notre Ministre des Affaires sociales et Notre Secrétaire d'Etat à la Santé publique et à l'Environnement sont chargés de l'exécution du présent arrêté.

Donné à Bruxelles, le 16 septembre 1982.

**BAUDOUIN**

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

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

Annexe

*Méthodes d'analyse de référence pour la détermination de la teneur en acide érucique des huiles et graisses comestibles et des produits dérivés de ces denrées*

### I. PREMIERE METHODE DE PRESELECTION

#### 1. Objet et domaine d'application.

La méthode permet de déterminer la teneur en acides gras docosénoïques des huiles et graisses comestibles et des produits dérivés de ces denrées.

#### 2. Mode opératoire.

Appliquer la méthode décrite à l'annexe VI du règlement (CEE) n° 1470/68 (\*).

#### 3. Interprétation des résultats.

Si la teneur en acides gras docosénoïques déterminée par la méthode visée sous 2, calculée sur les acides gras, n'est pas supérieure à 5 p.c., aucune autre détermination n'est requise.

### II. DEUXIEME METHODE DE PRESELECTION

#### 1. Objet et domaine d'application.

La méthode permet de déterminer la teneur en acides gras cis-docosénoïques des huiles et graisses comestibles et des produits dérivés de ces denrées.

#### 2. Mode opératoire.

Appliquer la méthode décrite à l'annexe VI du règlement (CEE), n° 1470/68 en utilisant la chromatographie gaz-liquide dans des conditions telles que les isomères cis et trans des acides docosénoïques soient séparés. Les phases stationnaires adéquates pour cette chromatographie seront par exemple du type « cyanopropylpolysiloxane » ou des cristaux liquides.

(\*) Règlement (CEE), n° 1470/68 du 23 septembre 1968 (Journal officiel des Communautés européennes, série L, n° 239 du 28 septembre 1968), modifié notamment par le règlement (CEE), n° 72/77 du 13 septembre 1977 (Journal officiel des Communautés européennes, série L, n° 12 du 15 janvier 1977).

## 3. Interpretatie van de resultaten.

Als het gehalte aan cis-docosaten berekend op de vetzuren, bepaald overeenkomstig de onder 2 bedoelde methode, 5 pct. niet overschrijdt, is een verdere bepaling niet vereist.

### III. METHODE VOOR DE BEPALING VAN HET GEHALTE AAN ERUCAZUUR

## A. Algemene inlichtingen.

## 1. Voorbehandeling van het monster.

## 1.1. Algemeen.

De hoeveelheid laboratoriummonster, die bestemd is voor de analyse, moet normaal 50 g bedragen, tenzij een grotere hoeveelheid nodig is.

## 1.2. Voorbehandeling van het monster.

Vóór de analyse moet het monster worden gehomogeniseerd.

## 1.3. Bewaring.

Het aldus behandelde monster moet steeds in een hermetisch gesloten recipiënt worden bewaard.

## 2. Reagentia.

## 2.1. Water.

2.1.1. Waar sprake is van water voor oplossingen, verdunningen of wassingen wordt steeds gedistilleerd water of gedemineraliseerd water met een minstens gelijkwaardige zuiverheidsgraad bedoeld.

2.1.2. Waar sprake is van een « oplossing » of een « verdunning », zonder verdere aanduiding van reagens, wordt een oplossing of verdunning in water bedoeld.

## 2.2. Chemicaliën.

Tenzij anders vermeld, moeten alle chemicaliën p.a. zijn.

## 3. Apparatuur.

## 3.1. Apparatuurlijst.

In de lijst van het materiaal wordt verwezen naar een uitrusting voor gespecialiseerd gebruik met bijzondere specificaties.

## 3.2. Analytische balans.

Onder analytische balans wordt een balans met een gevoeligheid van ten minste 0,1 mg verstaan.

## 4. Weergave van de resultaten.

## 4.1. Resultaten.

Het gerapporteerde resultaat van de analyse dient het gemiddelde te zijn van ten minste twee bepalingen, die voldoen aan de eisen van de herhaalbaarheid.

## 4.2. Berekening van het percentage.

Indien niet anders gespecificeerd, worden de resultaten berekend in massa percenten (m/m) van de totale vetzuren van de aan het laboratorium ter onderzoek aangeboden waar.

## 4.3. Aantal significante cijfers.

Het resultaat dient niet meer significante cijfers te bevatten dan overeenkomt met de nauwkeurigheid van de gebruikte methode van onderzoek.

## B. Bepaling van erucazuur.

## 1. Doel en toepassingsgebied.

Volgens deze methode kan het erucazuurgehalte worden bepaald van :

a) oliën en vetten die cetoleïnezuur (een cis-isomeer van docoseenzuur dat voorkomt in visoliën) bevatten,

en

b) gehydrogeneerde oliën en vetten die cis- en trans-isomeren van docoseenzuur bevatten.

## 2. Definitie.

Erucazuurgehalte volgens de beschreven methode bepaald erucazuur.

## 3. Principe.

Scheiding van de vetzuurmethylesters met behulp van dunnelaagchromatografie uitgevoerd bij lage temperatuur op met zilvernitraat behandeld absorbens en kwantitatieve bepaling van de afgescheiden esters met behulp van gas-vloeistofchromatografie.

## 3. Interprétation des résultats.

Si la teneur en acides gras cis-docosénoïques déterminée par la méthode visée sous 2, calculée sur les acides gras, n'est pas supérieure à 5 p.c., aucune autre détermination n'est requise.

### III. METHODE DE DETERMINATION DE LA TENEUR EN ACIDE ERUCIQUE

## A. Dispositions générales.

## 1. Préparation de l'échantillon.

## 1.1. Généralités.

La masse de l'échantillon de laboratoire destiné à l'analyse doit être normalement de 50 g à moins qu'une quantité plus importante soit nécessaire.

## 1.2. Préparation de l'échantillon.

L'échantillon doit être homogénéisé avant l'analyse.

## 1.3. Conservation.

L'échantillon ainsi préparé doit toujours être conservé dans un récipient hermétique.

## 2. Réactifs.

## 2.1. Eau.

2.1.1. Lorsqu'il est fait mention d'eau pour les solutions, les dilutions et les lavages, il s'agit toujours d'eau distillée ou d'eau déminéralisée de pureté au moins équivalente.

2.1.2. Lorsqu'il est fait mention d'une « solution » ou d'une « dilution », sans autre indication de réactif, il s'agit d'une solution ou dilution aqueuse.

## 2.2. Produits chimiques.

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique sauf spécifications contraires.

## 3. Appareillage.

## 3.1. Liste de l'appareillage.

La liste de matériel fait référence à un équipement à usage spécialisé et avec des spécifications particulières.

## 3.2. Balance analytique.

La balance analytique signifie une balance à sensibilité de 0,1 mg ou mieux.

## 4. Expression des résultats.

## 4.1. Résultats.

Le résultat mentionné sur le bulletin d'analyse est la valeur moyenne obtenue à partir de deux déterminations au moins, dont la répétabilité est satisfaisante.

## 4.2. Calcul du pourcentage.

Sauf dispositions particulières, les résultats sont exprimés en pourcentage (m/m) des acides gras totaux dans l'échantillon, tel qu'il est parvenu au laboratoire.

## 4.3. Nombre de chiffres significatifs.

Le résultat ne doit pas comporter plus de chiffres significatifs que ne le permet la précision de la méthode.

## B. Détermination de l'acide erucique.

## 1. Objet et domaine d'application.

La méthode permet de déterminer la teneur en acide erucique dans :

a) les huiles et les graisses contenant de l'acide céroléique (un isomère cis de l'acide docosénoïque qui se trouve dans les huiles de poisson),

et

b) les huiles et les graisses hydrogénées contenant des isomères cis et trans de l'acide docosénoïque.

## 2. Définition.

Teneur en acide erucique : acide erucique déterminé par la méthode indiquée ci-après.

## 3. Principe.

Séparation des esters méthyliques des acides gras par chromatographie à basse température sur couche mince à absorbant traité au nitrate d'argent et détermination quantitative des esters ainsi séparés par chromatographie gaz-liquide.

## 4. Reagentia.

- 4.1. Diëthylether, peroxydevrij (vers gedistilleerd).  
 4.2. n-hexaan.  
 4.3. Silicagel G voor dunnelaagchromatografie.  
 4.4. Silicagel voor kolomchromatografie.  
 4.5. Zilvernitraatoplossing 200 g/l. Los 24 g zilvernitraat op in water en vul aan tot 120 ml met water.  
 4.6. 5 mg/ml methylerucaatoplossing. Los 50 mg methylerucaat op in enkele ml n-hexaan en vul aan tot een volume van 10 ml met n-hexaan.  
 4.7. Methyltetracosanoaat, interne-standaardoplossing, 0,25 mg/ml. Los 25 mg methyltetracosanoaat op in enkele ml n-hexaan (als 4.6) en vul aan tot een volume van 100 ml met n-hexaan.

## 4.8. Loopvloeistof : toluen en n-hexaan 90/10 (v/v).

4.9. 2,7 dichloorfluoresceïneoplossing, 0,5 g/l. Los, onder verwarmen en roeren, 500 mg 2,7 dichloorfluoresceïne op in 100 ml van een 50 %-oplossing van methanol in water.

## 5. Apparatuur.

## 5.1. Apparatuur voor dunnelaagchromatografie :

5.1.1. diepvriezer, waarmede de ontwikkeltank en de inhoud ervan op een temperatuur van minus 20 °C tot minus 25 °C kan worden gehouden;

5.1.2. glasplaten, 200 mm × 200 mm;

5.1.3. ultravioletlamp;

5.1.4. glazen kolommen, lengte 200 mm en binnendiameter 10 mm, die voorzien zijn van een filter van glaswol of van gesinterd glas of eventueel kleine trechters met een filter van gesinterd glas;

5.1.5. Opbrengapparaat voor het opbrengen van de oplossingen als een smalle band of een streep.

5.2. Apparatuur voor gas-vloeistofchromatografie met een elektronische integrator als beschreven in deel III van bijlage VI bij Verordening (E.E.G.) nr. 1470/68.

## 6. Uitvoering.

## 6.1. Bereiding van de vetzuurmethylester.

Neem ongeveer 400 mg van het olie- of het vetmonster en maak een oplossing van ongeveer 20 tot 50 mg/ml vetzuurmethylesters in hexaan volgens de in deel II van bijlage VI bij verordening (E.E.G.) nr. 1470/68 beschreven methode.

## 6.2. Dunnelaagchromatografie.

## 6.2.1. Bereiding van de platen.

Breng 60 g silicagel (4.3.) in een rondbodemkolf van 500 ml. Voeg 120 ml zilvernitraatoplossing (4.5) toe en schud gedurende 1 minuut, ten einde een homogene massa te verkrijgen.

Maak hiermee op de gebruikelijke manier platen met een laagdikte van 0,5 mm. Deze hoeveelheid is voldoende voor het maken van vijf platen van 200 mm x 200 mm. Laat de platen aan de lucht drogen (bij voorkeur in het donker gedurende 30 minuten). Droog en activeer ze vervolgens in een oven bij 100 °C gedurende 2 uur en 30 minuten. Gebruik de platen zo spoedig mogelijk na de activering of bewaar ze zorgvuldig in het donker en activeer ze voor het gebruik. Trek voor het gebruik door de aangebrachte laag strepen op 10 mm van de zijkanten en van de bovenkant van iedere plaat ten einde randeffecten, die gedurende de ontwikkeling kunnen optreden, tot een minimum te beperken. Opmerking : Activering bij 110 °C gedurende 1 uur kan bevredigend worden geacht op voorwaarde dat de platen niet donker zijn geworden.

## 6.2.2. Opbrengen van de methylesters.

Breng met het opbrengapparaat (5.1.5) 50 µl van de uit het monster bereide methylesteroplossing (6.1) in een smalle band van ongeveer 50 mm lengte aan op ten minste 40 mm van de zijkant en 10 mm van de onderkant van de plaat. Breng op dezelfde manier 100 µl op van een oplossing die gelijke hoeveelheden van de methylesteroplossing (6.1) en de methylerucaatoplossing (4.6) bevat. Het opbrengen van de oplossingen moet

## 4. Réactifs.

- 4.1. Ether diéthylique fraîchement distillé, sans peroxyde.  
 4.2. n-Hexane.  
 4.3. Silica-gel G, pour chromatographie sur couche mince.  
 4.4. Silica-gel, pour chromatographie sur colonne.  
 4.5. Solution de nitrate d'argent à 200 g/l. Dissoudre 24 g de nitrate d'argent dans de l'eau et ajuster le volume à 120 ml avec de l'eau.  
 4.6. Solution d'érucate de méthyle à 5 mg/ml. Dissoudre 50 mg d'érucate de méthyle dans quelques ml de n-hexane et porter à un volume de 10 ml avec du n-hexane.  
 4.7. Solution étalon interne de tétracosanoate de méthyle à 0,25 mg/ml. Dissoudre 25 mg de tétracosanoate de méthyle dans quelques ml de n-hexane (comme 4.6) et porter à un volume de 100 ml avec du n-hexane.

4.8. Solvant de développement : toluène et n-hexane dans un rapport de 90 à 10 (v/v).

4.9. Solution de 2,7 dichlorofluorescéine à 0,5 g/l. Dissoudre en chauffant et en agitant 500 mg de 2,7 dichlorofluorescéine dans 100 ml d'une solution aqueuse contenant 50 % de méthanol.

## 5. Appareillage.

5.1. Appareil de chromatographie sur couche mince comprenant notamment :

5.1.1. une unité de congélation capable de maintenir la cuve de développement et son contenu à une température de moins 20 à moins 25 °C;

5.1.2. des plaques de verre de 200 mm × 200 mm;

5.1.3. une lampe à rayons ultraviolets;

5.1.4. des colonnes en verre de 200 mm de long et dont le diamètre intérieur est de 10 mm munies de filtres en laine de verre ou en verre fritté, ou bien petits entonnoirs munis de filtres en verre fritté;

5.1.5. un applicateur pour déposer les solutions sous la forme d'une bande mince ou d'une ligne.

5.2. Appareil de chromatographie gaz-liquide couplé avec un intégrateur électronique, comme décrit à la section III de l'annexe VI du règlement (CEE) n° 1470/68.

## 6. Mode opératoire.

## 6.1. Préparation des esters méthyliques d'acide gras.

Prendre un échantillon type d'environ 400 mg de la graisse ou de l'huile à analyser et préparer une solution contenant environ 20 à 50 mg/ml d'esters méthyliques d'acide gras dans l'hexane, en suivant la méthode exposée à la section II point 3 de l'annexe VI du règlement (CEE) n° 1470/68.

## 6.2. Chromatographie sur couche mince.

## 6.2.1. Préparation des plaques.

Placer 60 g de silica-gel (4.3) dans un ballon à fond rond d'une capacité de 500 ml. Ajouter 120 ml de la solution de nitrate d'argent (4.5) et agiter durant une minute pour obtenir une pâte tout à fait homogène.

Étaler celle-ci de la manière habituelle sur les plaques et ajuster l'épaisseur de la couche à 0,5 mm. Cette quantité de pâte est suffisante pour la préparation de 5 plaques de 200 mm x 200 mm. Sécher partiellement les plaques à l'air (de préférence dans l'obscurité durant 30 min) et ensuite les sécher et les activer dans un four à 100 °C durant 2 h 30. Les plaques doivent être utilisées dès que possible après la phase d'activation, sinon elles doivent être rangées soigneusement dans une armoire à l'abri de la lumière et activées à nouveau avant l'emploi. Avant l'emploi tracer des sillons à travers le substrat à 10 mm des côtés et du haut de chaque plaque, afin de diminuer les effets marginaux durant le développement. Note : l'activation à 110 °C durant 1 h peut se révéler satisfaisante à condition que les plaques ne soient pas noircies.

## 6.2.2. Application des esters méthyliques.

A l'aide de l'applicateur (5.1.5.), déposer 50 µl de la solution d'esters méthyliques préparée à partir de l'échantillon à analyser (6.1) sur une fine ligne d'environ 50 mm de long, à au moins 40 mm des côtés et 10 mm du bas de la plaque. Appliquer de la même façon 100 µl d'une solution contenant des volumes égaux de la solution d'esters méthyliques (6.1) et de la solution d'érucate de méthyle (4.6). L'application des solutions exige un soin

zeer zorgvuldig geschieden om beschadiging van de plaat te voorkomen. Na het opbrengen van de methylesters kan de onderkant van de plaat in diëthylether worden geplaatst totdat de ether opstijgt tot ongeveer 5 mm boven de zone waar het monster is opgebracht. Dit heeft tot gevolg dat de methylesters in een smalle band geconcentreerd worden. Opmerking: Indien gewenst kan 50  $\mu$ l methylerucaatoplossing (4.6) op de plaat worden aangebracht om de identificatie van de methylerucaatband na het ontwikkelen te vergemakkelijken (zie figuur).

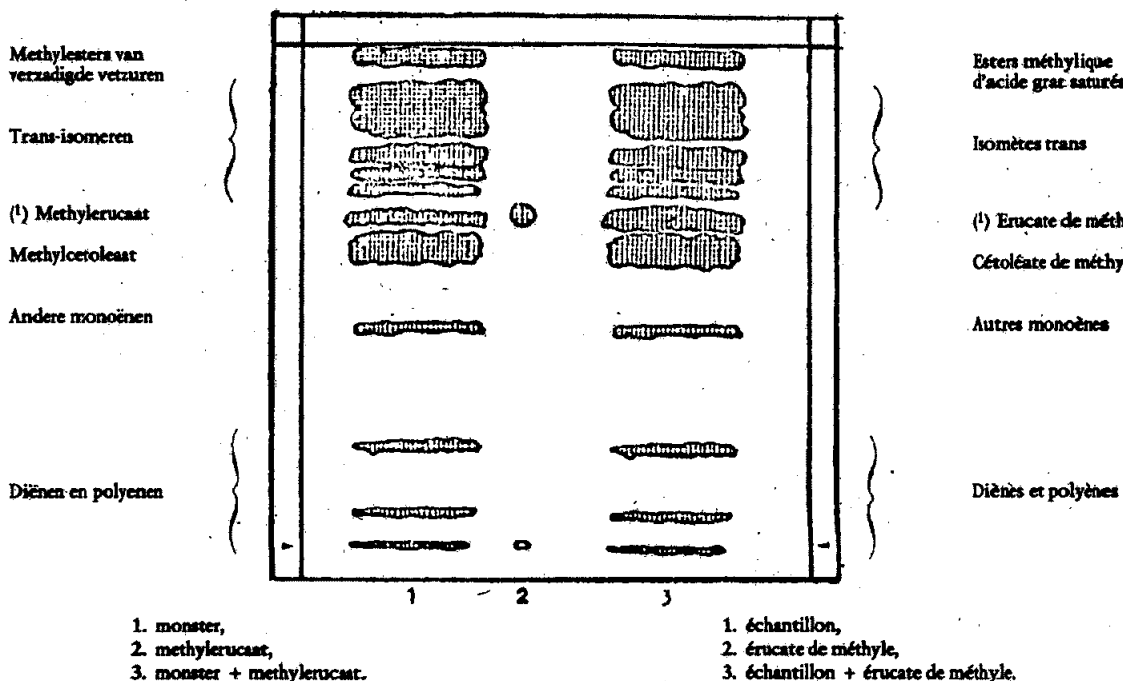
#### 6.2.3. Ontwikkelen van de platen.

Giet zoveel loopvloeistof (4.8) in de tank dat een vloeistofhoogte van ongeveer 5 mm wordt verkregen en plaats de tank, voorzien van het deksel, in een diepvriezer (5.1.1) waarvan de temperatuur is afgesteld op min. 25° C of op een temperatuur die deze temperatuur zo dicht mogelijk benadert. (In bepaalde gevallen verdient het aanbeveling de tank van een inwendige bekleding te voorzien). Plaats twee uur later de plaat zorgvuldig in de tank en laat de loopvloeistof opstijgen tot ongeveer de helft tot twee derde van de hoogte van de plaat. Verwijder de plaat en damp de loopvloeistof geleidelijk van de plaat met behulp van een stikstofstroom. Plaats de plaat opnieuw in de tank en laat de loopvloeistof opstijgen tot aan de bovenkant van de plaat. Verwijder de plaat en droog met een stikstofstroom zoals hierboven; besproei vervolgens met 2,7 dichloorfluoresceïneoplossing (4.9).

Onder ultraviolet licht kan de methylerucaatband in het monster worden gelokaliseerd aan de hand van de band die zich aftekent bij het monster waaraan methylerucaat is toegevoegd (zie figuur).

Figuur

Dunne laagchromatogram waaruit de scheiding blijkt van de methylesters van erucazuur, van cetoleïnezuur en van trans-isomeren van docoseenzuur



1. monster,  
2. methylerucaat,  
3. monster + methylerucaat.

1. échantillon,  
2. érucate de méthyle,  
3. échantillon + érucate de méthyle.

#### 6.2.4. Scheiding van de methylester-fracties.

Krab de van het monster afkomstige methylerucaatband kwantitatief af in een bekerglas van 50 ml. Krab het silicagel boven en onder de methylerucaatband met alle andere vetzuurmethylester fracties kwantitatief af in een ander bekerglas van 50 ml. Voeg aan ieder bekerglas 1,0 ml methyltetracosanoaatstandaardoplossing (4.7) en 10 ml diëthylether (4.1) toe. Roer en breng de inhoud van de bekgelazen separaat over in de kolommen of

(1) De zogenaamde methylerucaatfractie zal normaal methylesters van andere monoënzuren bevatten, maar dient methylcetoleaatvrij te zijn.

particulier étant donné la fragilité du substrat. Après l'application des esters méthyliques, le bas de la plaque peut être placé dans l'éther diéthylique jusqu'à ce que ce dernier monte à environ 5 mm au-dessus de la zone d'application de l'échantillon à analyser. Cette opération concentrera les esters méthyliques sur une bande étroite. Note : Si on le désire, on peut appliquer 50  $\mu$ l de la solution d'érucate de méthyle (point 4.6) sur la plaque, afin d'aider à l'identification de la bande d'érucate de méthyle après développement (voir figure).

#### 6.2.3. Développement des plaques.

Verser une quantité suffisante de solvant (4.8) dans la cuve de façon à avoir une profondeur d'environ 5 mm et placer la cuve munie de son couvercle dans un congélateur (5.1.1) à moins 25 °C ou à une température avoisinante (dans certains cas, il peut être utile de protéger les parois de la cuve à l'aide d'un revêtement). Après 2 h, placer avec précaution la plaque dans la cuve et laisser monter le solvant jusqu'à ce qu'il atteigne une zone située entre la moitié et les deux tiers de la hauteur de la plaque. Retirer alors la plaque et évaporer doucement le solvant à l'aide d'un courant d'azote. Replacer la plaque dans la cuve et laisser monter le solvant jusqu'à l'extrémité supérieure de la plaque. Retirer alors la plaque et la sécher à nouveau à l'aide d'un courant d'azote, ensuite la vaporiser avec la solution de 2,7 dichlorofluoresceïne (4.9).

Lors de l'examen à la lumière ultraviolette, on peut localiser la bande d'érucate de méthyle présent dans l'échantillon en se référant à la bande plus intense de l'échantillon auquel on a ajouté de l'érucate de méthyle (voir figure).

Figure

Chromatogramme type sur couche mince montrant la séparation des esters méthyliques de l'acide érucique, de l'acide cétoleïque et des isomères trans de l'acide docosénoïque

#### 6.2.4. Séparation des fractions d'esters méthyliques.

Gratter quantitativement la bande d'érucate de méthyle provenant de l'échantillon dans un bécber d'une capacité de 50 ml. Dans un autre bécber de 50 ml, gratter quantitativement le silica-gel qui se trouve au-dessus et en dessous de la bande d'érucate de méthyle et qui contient toutes les autres fractions d'esters méthyliques d'acides gras. Dans chacun des deux bécbers, ajouter 1,0 ml de la solution étalon de tétracosanoate de méthyle (4.7) et 10 ml d'éther

(1) La fraction qualifiée d'érucate de méthyle contiendra normalement des esters méthyliques d'autres acides monoënoïques, mais devrait être exempte de cétoléate de méthyle.

filters (5.1.4) die ongeveer 1 g silicaïel (4.4) bevatten en extraheer de esters met drie of vier porties diëthylether van 10 ml. Vang de filtraten op in kleine kolven. Verdamp de filtraten tot kleine volumes met behulp van een lichte stikstofstroom en breng de methylesters over in kleine glazen buisjes met puntige onderkant. Verwijder alle loopploeistof door verdamping met behulp van stikstof en wel zodanig dat de methylesters op de bodem van de buisjes worden geconcentreerd. Los de methylesters op in ongeveer 25 tot 50 µl hexaan (4.2).

6.3. Gas-vloeistofchromatografie.

6.3.1. Volg de in deel III van bijlage VI bij Verordening (E.E.G.) nr. 1470/68 beschreven werkwijze en injecteer 1 tot 2 µl van de methylesteroplossingen verkregen van (i) de fractie die methylecraat bevat, (ii) de fracties die de rest van de vetzuurmethylesters bevatten.

6.3.2. Met de elektronische integrator worden de volgende piekoppervlakken verkregen :

(i) uit het chromatogram van de fractie die methylecraat bevat :

- a) methylecraat E;
- b) interne standaard L<sub>1</sub>;
- c) totaal methylesterpiekoppervlakken met uitzondering van de interne standaard EF;

(ii) uit het chromatogram van de fracties die de rest van de vetzuurmethylesters bevatten :

- a) totaal piekoppervlakken met uitzondering van de interne standaard RF;
- b) interne standaard L<sub>2</sub>.

7. Weergave van de resultaten.

7.1. Wijze van berekening en formule.

7.1.1. Het erucazuurpercentage van het monster uitgedrukt als methylester in percenten van het gehalte in methylesters van de totale vetzuren van het monster wordt verkregen door de formule :

$$L_1 \frac{E}{\left(\frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2}\right)} \times 100$$

hierin zijn :

E, EF, RF, L<sub>1</sub> en L<sub>2</sub> de piekoppervlakken verkregen in 6.3.2, zo nodig gecorrigeerd aan de hand van ijkfactoren. Het gehalte aan methylecraat, dat wordt verkregen door toepassing van bovenstaande formule, is in de praktijk gelijk aan het gehalte aan erucazuur, uitgedrukt in percenten van het totale gehalte aan vetzuren.

7.1.2. Wanneer de piekoppervlakken in percenten worden uitgedrukt, dan zijn de EF- en RF-waarden als volgt te berekenen :

$$EF = 100 - L_1$$

$$RF = 100 - L_2$$

7.1.3. Bij de aangehouden wijze van berekening (7.1.1) is aangenomen dat het tetracosaanpercentage van het monster te verwaarlozen is. Bij aanwezigheid van een significante hoeveelheid van dat zuur kan de tetracosaanpercentage (L<sub>2</sub>), verkregen met behulp van het chromatogram van de fracties die de overige vetzuurmethylesters bevatten, worden herleid tot :

$$L_2 = T_2$$

hierin is :

$$T_2 = \frac{T_0 P_2}{P_0}$$

en

T<sub>2</sub> = piekoppervlak van tetracosaanzure methylester, dat is verkregen uit het monster in een deel vormt van het piekoppervlak, dat moet worden toegeschreven aan de interne standaard van het chromatogram van de resterende fractie van de vetzuurmethylesters;

P<sub>2</sub> = piekoppervlak van palmitinezure methylester, verkregen met behulp van het chromatogram van de resterende fractie;

T<sub>0</sub> = piekoppervlak van tetracosaanzure methylester, verkregen met behulp van het chromatogram van het totale vetzuurmethylesterpercentage, bepaald door middel van de onder I van in deze bijlage genoemde analyse;

diëthylische (4.1). Agiter et transférer séparément le contenu des béchers dans les colonnes ou filtres (5.1.4) contenant environ 1 g de silica-gel (4.4) et extraire trois ou quatre fois les esters à l'aide de 10 ml d'éther diéthylique. Recueillir les filtrats dans de petits ballons. Après avoir évaporé une partie du solvant sous un faible courant d'azote, transférer les esters méthyliques dans de petits tubes de verre à fond pointu. Évaporer le reste du solvant sous azote de façon à concentrer les esters méthyliques au fond des tubes. Dissoudre les esters méthyliques dans 25 à 50 µl d'hexane (4.2).

6.3. Chromatographie gaz-liquide.

6.3.1. Suivre le mode opératoire décrit dans la section III de l'annexe VI du règlement (CEE) n° 1470/68 et injecter 1 à 2 µl des solutions d'esters méthyliques obtenues à partir (i) de la fraction contenant l'érucate de méthyle et (ii) des fractions contenant le reste des esters méthyliques d'acides gras.

6.3.2. Les surfaces de pics fournies par l'intégrateur électronique sont les suivantes :

(i) à partir du chromatogramme de la fraction contenant l'érucate de méthyle :

- a) érucate de méthyle E;
- b) étalon interne L<sub>1</sub>;
- c) surfaces totales des pics des esters méthyliques à l'exclusion de l'étalon interne EF;

(ii) à partir du chromatogramme de la fraction contenant le reste des esters méthyliques d'acides gras :

- a) surfaces totales des pics, à l'exclusion de l'étalon interne RF;
- b) étalon interne L<sub>2</sub>.

7. Expression des résultats.

7.1. Méthode de calcul et formule.

7.1.1. La teneur en acide érucique de l'échantillon, exprimée comme ester méthylique en pourcent de la teneur en esters méthyliques des acides gras totaux de l'échantillon, est donnée par la formule :

$$L_1 \frac{E}{\left(\frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2}\right)} \times 100$$

où

E, EF, RF, L<sub>1</sub> et L<sub>2</sub> sont les surfaces de pics définies au point 6.3.2, corrigées si nécessaire à l'aide de facteurs d'étalonnage. La teneur en érucate de méthyle obtenue par la formule ci-avant, est équivalente au taux d'acide érucique, exprimé en pourcent de la teneur totale en acides gras.

7.1.2. Si la surface des pics est exprimée en pourcent, calculer comme suit les valeurs EF et RF :

$$EF = 100 - L_1$$

$$RF = 100 - L_2$$

7.1.3. Le mode de calcul (7.1.1) suppose que le taux d'acide tetracosanoïque dans l'échantillon est négligeable. Lorsqu'une certaine quantité de cet acide est présente, la valeur en acide tetracosanoïque (L<sub>2</sub>) obtenue par le chromatogramme des fractions contenant les autres esters méthyliques d'acides gras peut être réduite à :

$$L_2 = T_2$$

où

$$T_2 = \frac{T_0 P_2}{P_0}$$

et

T<sub>2</sub> = la surface de pic de l'ester méthylique de l'acide tetracosanoïque provenant de l'échantillon qui constitue une partie de la surface de pic imputée à l'étalon interne du chromatogramme de la fraction restante des esters méthyliques d'acides gras;

P<sub>2</sub> = la surface de pic de l'ester méthylique de l'acide palmitique obtenue du chromatogramme de la fraction restante;

T<sub>0</sub> = la surface de pic de l'ester méthylique de l'acide tetracosanoïque obtenue du chromatogramme des esters méthyliques des acides gras totaux déterminé par l'analyse reprise sous I de la présente annexe;

$P_0$  = piekoppervlak van palmitinezure methylester, verkregen met behulp van het chromatogram van het totale vetzuur-methylestergehalte, bepaald door middel van de onder I van de in deze bijlage genoemde analyse.

#### 7.1.4. Oorsprong van de formule.

Het vetzuurgehalte van de fractie die methylester bevat, in pct. van het totale vetzuurgehalte van het monster, wordt verkregen aan de hand van de volgende formule :

$$\frac{\frac{EF}{L_1}}{\frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2}} \times 100 \text{ of } \frac{EF}{L_1 \left( \frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2} \right)} \times 100$$

Het erucazuurgehalte van de fractie die methylester bevat wordt verkregen aan de hand van de volgende formule :

$$\frac{E}{EF}$$

Het erucazuurgehalte van het monster, in pct. van het totale vetzuurgehalte, wordt dan verkregen aan de hand van de volgende formule :

$$\frac{EF}{L_1 \left( \frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2} \right)} \times \frac{E}{EF} \times 100 \text{ of } \frac{E}{L_1 \left( \frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2} \right)} \times 100$$

#### 7.1.5. Herhaalbaarheid.

Het verschil tussen de resultaten van twee, gelijktijdig door dezelfde analist uitgevoerde en in dezelfde omstandigheden, parallelbepalingen aan hetzelfde monster mag niet meer bedragen dan 10 pct. in relatieve waarde van de bepaalde waarde of 0,5 g per 100 g monster in absolute waarde indien dit groter is.

Ons bekend om te worden gevoegd bij Ons besluit van 16 september 1982.

### BOUDEWIJN

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

De Staatssecretaris voor Volksgezondheid en Leefmilieu,  
F. AERTS

### MINISTERIE VAN TEWERKSTELLING EN ARBEID

N. 82 — 1706

Koninklijk besluit van 8 september 1982 waarbij algemeen verbindend wordt verklaard de collectieve arbeidsovereenkomst van 29 april 1982, gesloten in het Paritair Comité voor import, export, doorvoer en buitenlandse handel en voor de maritieme en expeditiekantoren, tot wijziging van de statuten van het « Sociaal Fonds voor import, export, doorvoer en buitenlandse handel en voor de maritieme en expeditiekantoren ». — Erratum

Belgisch Staatsblad van 25 september 1982, bladzijde 11143 :

In de Nederlandse tekst van artikel 2 van de bijlage, lezen :  
« ... 1 januari 1981 ... » in plaats van « ... 1 januari 1982 ... ».

$P_0$  = la surface de pic de l'ester méthylique de l'acide palmitique obtenue du chromatogramme des esters méthyliques des acides gras totaux déterminé par l'analyse reprise sous I de la présente annexe.

#### 7.1.4. Origine de la formule.

La teneur en acide gras de la fraction contenant l'érucate de méthyle, exprimée en pourcent de la teneur totale en acides gras dans l'échantillon, est donnée par :

$$\frac{\frac{EF}{L_1}}{\frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2}} \times 100 \text{ ou } \frac{EF}{L_1 \left( \frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2} \right)} \times 100$$

La teneur en acide érucique de la fraction contenant l'érucate de méthyle est donnée par :

$$\frac{E}{EF}$$

D'où la teneur en acide érucique de l'échantillon, exprimée en pourcent de la teneur totale en acide gras, est donnée par :

$$\frac{EF}{L_1 \left( \frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2} \right)} \times \frac{E}{EF} \times 100 \text{ ou } \frac{E}{L_1 \left( \frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2} \right)} \times 100$$

#### 7.1.5. Répétabilité.

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit dépasser 10 p.c. en valeur relative de la valeur déterminée ou 0,5 g pour 100 g d'échantillon en valeur absolue en prenant la valeur la plus élevée.

Vu pour être annexé à Notre arrêté du 16 septembre 1982.

### BAUDOUIN

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

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

### MINISTÈRE DE L'EMPLOI ET DU TRAVAIL

F. 82 — 1706

Arrêté royal du 8 septembre 1982 rendant obligatoire la convention collective de travail du 29 avril 1982, conclue au sein de la Commission paritaire pour l'import, l'export, le transit et le commerce extérieur et pour les bureaux maritimes et d'expédition, modifiant les statuts du « Fonds social pour l'import, l'export, le transit et le commerce extérieur et pour les bureaux maritimes et d'expédition ». — Erratum

Moniteur belge du 25 septembre 1982, page 11143 :

Dans le texte néerlandais de l'article 2 de l'annexe, lire :  
« ... 1 januari 1981 ... » au lieu de « ... 1 januari 1982 ... ».