

DECISION**du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux
concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux
en matière de moutarde****M (76) 3**

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

Vu l'article 1^{er} du Protocole du 29 avril 1969, relatif à la suppression des contrôles et formalités aux frontières intérieures du Benelux et à la suppression des entraves à la libre circulation,

Vu la Recommandation du Comité de Ministres du 3 juin 1969, M (69) 20 relative à l'harmonisation des législations en matière de moutarde,

Considérant qu'il y a lieu d'éviter des contestations nées de l'application de techniques d'analyse différentes ou de l'emploi de normes différentes.

Considérant qu'en particulier l'harmonisation du contrôle des denrées alimentaires exige la mise en œuvre de techniques identiques ou équivalentes et l'emploi de modes d'expression semblables et le recours à des normes identiques ou équivalentes,

A pris la décision suivante :

Article unique

1. Les Gouvernements des trois pays du Benelux prendront les mesures nécessaires pour que les dispositions reprises dans le Règlement annexé à la présente Décision soient considérées à partir du 1^{er} septembre 1976 comme seule méthode de référence.
2. Dans les 6 mois qui suivent l'expiration du délai prévu au § 1, chacun des trois Gouvernements fait rapport au Comité de Ministres sur les mesures qui ont été prises pour l'exécution de cette Décision. Le texte des mesures d'exécution nationales sera joint à ce rapport.

FAIT à Bruxelles, le 26 janvier 1976

Le Président du Comité de Ministres,

G. THORN

METHODES D'ANALYSE DE REFERENCE
en matière de moutarde
M (76) 3, Annexe

1. Préparation de l'échantillon

Avant chaque prélèvement homogénéiser soigneusement l'échantillon.

2. Humidité

Reactifs

- Sable traité à l'acide chlorhydrique, lavé jusqu'à disparition des chlorures et séché
- Ethanol, 96 vol %.

- 2.1. Tarer une capsule à fond plat, munie d'un couvercle et contenant 20 à 25 g de sable ainsi qu'une baguette de verre.
Y déposer 5 g de la denrée et, à l'aide de la baguette de verre, mélanger, en ajoutant un peu d'éthanol, jusqu'à consistance pâteuse.
- 2.2. Evaporer pendant deux heures au bain-marie puis sécher dans une étuve à 102 - 105 °C jusqu'à poids constant.

3. Cendres

Reactifs

- Acide sulfurique p.s. 1,84
- Carbonate d'ammonium p.a.

- 3.1. Calciner une capsule de porcelaine ou de platine, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser exactement (W_0 g).
- 3.2. Peser exactement 2 à 5 g de l'échantillon dans la capsule (le poids de l'échantillon + la capsule = W_1 g).
- 3.3. Mélanger avec 1 ml d'acide sulfurique.
Chasser l'excès d'acide sulfurique par un chauffage modéré et calciner.
- 3.4. Si les cendres contiennent encore des parcelles de carbone, répéter cette opération avec quelques gouttes d'acide sulfurique.
- 3.5. Laisser refroidir. Ajouter un peu de carbonate d'ammonium et calciner à nouveau.
- 3.6. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser exactement (W_2 g).
- 3.7. Calculer la teneur en cendres sulfatées (A), en pour-cent, par la formule :

$$A = \frac{W_2 - W_0}{W_1 - W_0} \times 100$$

La teneur en cendres en pour-cent est égale à $0,8 \times A$.

4. Sable

Reactifs

— Acide chlorhydrique 4 n.

- 4.1. Ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique aux cendres sulfatées obtenues selon 2.
- 4.2. Recouvrir la capsule d'un verre de montre, faire bouillir prudemment pendant 10 minutes et laisser refroidir.
- 4.3. Filtrer le résidu sur un filtre sans cendres. Laver à l'eau chaude jusqu'à disparition de la réaction acide. Calciner le filtre.
- 4.4. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser. Répéter la calcination et le refroidissement jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure à 1 mg (W_3g).
- 4.5. Calculer la teneur en sable (Z) en pour-cent, par la formule :

$$Z = \frac{W_3 - W_0}{W_1 - W_0} \times 100$$

5. Chlorure de sodium dans la moutarde

Reactifs

Acide nitrique 65 %

Solution de permanganate de potassium 5 %

Solution de nitrate d'argent 0,1 n

Solution de thiocyanate de potassium 0,1 n

Fer (III) ammonium sulfate : Solution saturée.

- 5.1. Dans un vase conique de 300 ml, introduire 3 à 4 g (p grammes) de l'échantillon pesé exactement et ajouter 40,00 ml de solution de nitrate d'argent. Mélanger soigneusement, ajouter 15 ml d'acide nitrique et porter prudemment le contenu du vase à ébullition. Au liquide bouillant, ajouter 3 fois 5 ml de solution de permanganate de potassium. Agiter après chaque adjonction. Maintenir quelque temps l'ébullition après la dernière adjonction. Ajouter ensuite 50 ml d'eau.
- 5.2. Filtrer le contenu du vase sur un papier filtre, dans un ballon jaugé de 200 ml. Laver soigneusement le filtre et le vase conique avec de l'eau. Compléter au trait avec de l'eau et mélanger.
- 5.3. Titrer 100 ml de la solution obtenue en 5.2., par la solution de thiocyanate de potassium (a ml) en présence de 2 ml de solution de fer (III) ammonium sulfate. Titrer ensuite 20,00 ml de solution de nitrate d'argent à l'aide de la solution de thiocyanate de potassium (b ml).

- 5.4. La teneur en chlorure de sodium de la denrée est :

$$\frac{11,7 (b - a) \cdot n}{p} \%,$$

où

n = le titre de la solution de thiocyanate de potassium.

6. Colorants

Exécuter cet examen de la manière prescrite dans les méthodes d'analyse de référence Benelux pour la recherche et l'identification des colorants synthétiques solubles dans l'eau présents dans les denrées alimentaires, M (76) 10.

7. Recherche des agents conservateurs

Sera établi dans une décision séparée.

8. Anhydride sulfureux

Reactifs

- azote, chimiquement pur en bonbonnes
 - acide phosphorique, 85 % pro analysi
 - eau oxygénée, 0,2 %
Diluer 0,7 ml d'eau oxygénée à 30 % avec de l'eau jusqu'à 100 ml. Préparer cette solution extemporanément.
 - hydroxyde de sodium 0,01 n
Déterminer son titre par le phtalate acide de potassium.
 - méthanol, pro analysi
 - solution d'indicateur
Mélanger 100 ml de solution alcoolique de rouge méthyle (0,03 % p/v) et 100 ml de solution alcoolique de bleu de méthylène (0,05 % p/v). Filtrer.
 - appareil de distillation (voir fig. 1).
- 8.1. Dans le récepteur de l'appareil de distillation introduire 10 ml de la solution d'eau oxygénée et 60 ml d'eau distillée. Ajouter quelques gouttes de la solution du mélange indicateur et neutraliser au besoin par une ou deux gouttes d'hydroxyde de sodium 0,01 n.
- 8.2. Fixer le récepteur de l'appareil de distillation. Brancher en série, sur le récepteur, un flacon laveur contenant 25 ml d'eau oxygénée également neutralisée.
- 8.3. Peser 40 g de la denrée dans le ballon de distillation de 250 ml et ajouter successivement 50 ml d'eau distillée et 50 ml de méthanol. Mélanger aussi intimement que possible.

- 8.4. Après avoir fixé le ballon à l'appareil, chasser l'air par un courant d'azote pendant 10 minutes. La vitesse du courant gazeux pendant la distillation doit être réglée de telle sorte que l'on puisse compter les bulles de gaz dans le flacon laveur.
- 8.5. Par l'ampoule à décantation, ajouter 15 ml d'acide phosphorique après avoir enlevé le bouchon de verre du récepteur. Replacer celui-ci.
- 8.6. Après avoir bien mélangé le contenu du ballon, porter à ébullition et maintenir une ébullition modérée pendant 30 minutes exactement. Eviter toute surchauffe de la partie inférieure du ballon.
- 8.7. Détacher le récepteur de l'appareil de distillation, couper le courant d'azote et rincer le conduit plongeant dans le récepteur avec de l'eau distillée.
- 8.8. Titrer le contenu du récepteur à l'aide de l'hydroxyde de sodium jusqu'à virage au vert de l'indicateur.
- 8.9. Calculer la teneur en anhydride sulfureux, exprimée en milligrammes par kilogramme, à l'aide de la formule :

$$Z = \frac{V \times N \times 32 \times 1000}{P}$$

où :

V = le nombre de millilitres d'hydroxyde de sodium utilisé pour le titrage

N = la normalité de l'hydroxyde de sodium

P = la masse en grammes de l'échantillon

Voir figure 1.

9. **Acides benzoïque et sorbique**

Sera réglé dans une décision séparée.

10. **Teneur en huile de moutarde**

Par teneur en huile de moutarde, on entend la teneur en extrait étheré total.

Reactifs

— Etherdiéthylique, sec et exempt de peroxyde.

— Sable lavé à l'acide chlorhydrique et calciné.

- 10.1. Mélanger 10 grammes de l'échantillon et environ 30 grammes de sable dans une capsule de quartz, d'aluminium ou de porcelaine, munie d'une baguette.

Chauffer la capsule et son contenu au bain-marie jusqu'à ce que le mélange soit pratiquement sec.

Chauffer encore quelque temps dans une étuve à la température de 102 - 105 °C.

- 10.2. Homogénéiser le mélange séché et le transférer quantitativement dans une cartouche de papier d'un extracteur Soxhlet. Placer la cartouche dans l'extracteur et extraire à l'éther pendant 16 heures.
- 10.3. Distiller l'éther au bain d'eau et sécher le résidu pendant 30 minutes dans une étuve à la température de 102 - 105 °C. Refroidir à la température ambiante et peser.

- 10.4. La teneur en huile de moutarde de la denrée est de :

$$\frac{100 W}{P} \%$$

où :

W = la masse, en grammes, du résidu

P = le nombre de grammes de la denrée mise en œuvre.

11. Cellulose

11.1. *Reactifs*

- éthanol 96 % (v/v)
- diéthyléther
- acide acétique 70 % (v/v)
- acide nitrique conc. (d = 1,40)
- solution saturée d'acide trichloracétique dans l'eau
- filtres sans cendre.

11.2. *Mode opératoire*

- 11.2.1. Peser, à 1 mg près, 10 grammes de moutarde dans un vase conique de 500 ml, ajouter 50 ml d'alcool et agiter énergiquement. Ajouter 40 ml d'éther, agiter à nouveau énergiquement et laisser reposer pendant 5 min.
- 11.2.2. Evacuer prudemment la couche d'alcool-éther et extraire encore à deux reprises le contenu du vase, chaque fois avec 40 ml d'éther puis, après la dernière extraction, évaporer sous vide les restes d'éther présents dans le vase.
- 11.2.3. Ajouter, au résidu dans le vase, 200 ml d'une solution obtenue en mélangeant :
- 225 ml d'acide acétique 70 % (v/v)
 - 15 ml d'acide nitrique conc.
 - 6 ml de solution saturée d'acide trichloracétique.
- Introduire quelques fragments de pierre-ponce dans le vase et faire bouillir pendant 30 min. sous reflux.
- 11.2.4. Filtrer le contenu encore chaud du vase sur un entonnoir Büchner contenant un filtre sans cendre taré. Laver le résidu d'abord à l'eau bouillante jusqu'à disparition de la réaction acide, puis à l'aide de 20 ml d'éthanol et de 20 ml d'éther.

- 11.2.5. Déposer le filtre dans une capsule de calcination et déterminer, par dessiccation à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ jusqu'à poids constant, le poids du résidu à 1 mg près (a grammes).
- 11.2.6. Calciner le filtre et le résidu à 600°C et, après avoir refroidi la capsule de calcination jusqu'à la température ambiante dans un dessiccateur, déterminer le poids des cendres à 1 mg près (b grammes).

11.3. Calcul

La teneur en cellulose de la denrée en % (m/m) est de :

$$100 \times \frac{(\text{poids dépôt a} - \text{poids dépôt « à blanc »}) - (\text{poids des cendres b})}{10}$$

Le poids du dépôt à blanc est le poids du résidu 11.2.5. obtenu en effectuant une détermination à blanc à partir du point 11.2.3.

La teneur en cellulose de la denrée en % (m/m) de la matière sèche est de :

$$100 \times \frac{(\text{poids dépôt a} - \text{poids dépôt « à blanc »}) - (\text{poids des cendres b})}{10} \times \frac{100}{100 - V}$$

où :

a = le poids, en grammes, du résidu de l'échantillon (11.2.5.)

poids dépôt « à blanc » = le poids, en grammes, du résidu de la détermination à blanc (11.2.5.)

b = le poids des cendres en grammes (11.2.6.)

V = la teneur en humidité de la denrée en % (m/m).

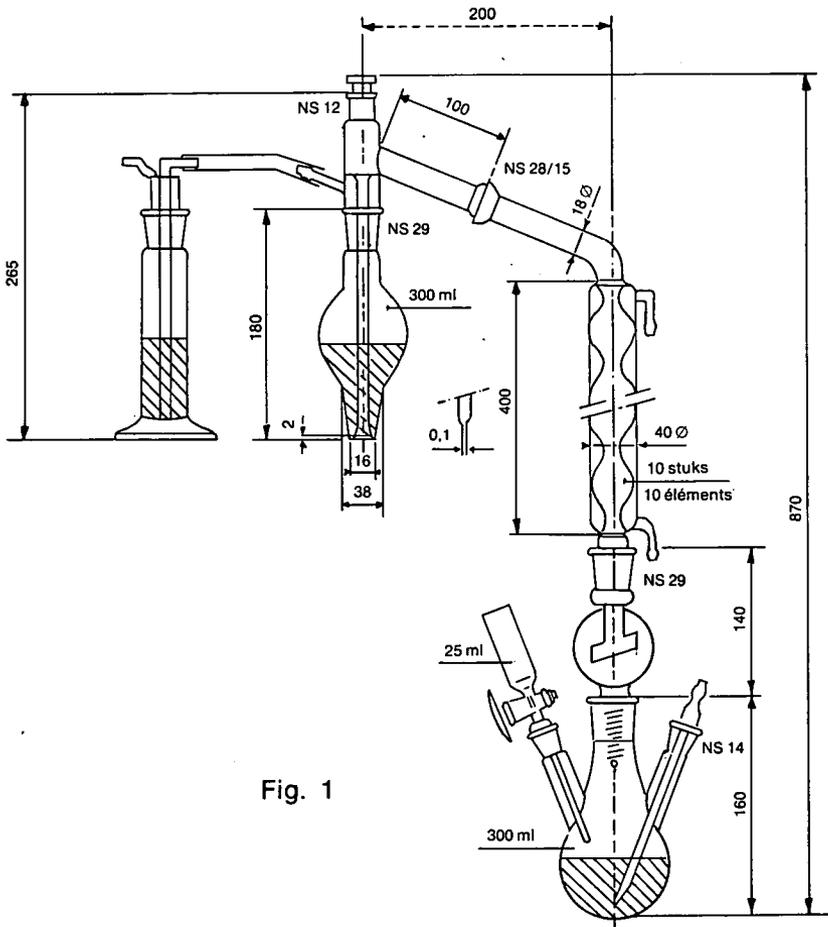


Fig. 1

NS = rodage normalisé
normaal slijpstuk

DESTILLATIE-APPARAAT VOLGENS TANNER

APPAREIL DE DISTILLATION SELON TANNER