

**BESCHIKKING**  
**van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie**  
**betreffende de toepassing van Benelux-referentiemethoden**  
**van onderzoek inzake mosterd**

**M (76) 3**

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,

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

Gelet op de Aanbeveling van het Comité van Ministers van 3 juni 1969, M (69) 20 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende mosterd,

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

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

Heeft het volgende beslist :

*Enig artikel*

1. De regeringen van de drie Beneluxlanden nemen de nodige maatregelen opdat de bepalingen van het aan deze beschikking gehechte reglement, als enige referentiemethode op 1 september 1976 worden aanvaard.
2. Uiterlijk 6 maanden na afloop van de in het eerste lid genoemde termijn brengt ieder der drie regeringen verslag uit aan het Comité van Ministers over de maatregelen die zijn getroffen ter uitvoering van onderhavige beschikking. Bij dit verslag zal de tekst van de nationale uitvoeringsmaatregelen worden gevoegd.

GEDAAN te Brussel, op 26 januari 1976.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

G. THORN

**REFERENTIEMETHODEN**  
**van onderzoek inzake mosterd**  
**M (76) 3, Bijlage**

**1. Voorbereiding van het monster**

Meng het monster zorgvuldig vóór iedere inweging.

**2. Vocht**

*Reagentia*

— Zand met zoutzuur behandeld, chloride vrij gewassen en gedroogd

— Ethanol, 96 vol %.

2.1. Tarreer een schaalje met vlakke bodem en voorzien van een deksel, waarin zich 20 à 25 g zand, alsmede een glazen staafje bevinden. Breng hierin 5 gram van de waar en roer, na toevoeging van een weinig ethanol, het mengsel tot een papje met behulp van het glazen staafje.

2.2. Damp gedurende twee uur op het waterbad uit en droog vervolgens in een droogstoof bij 102 - 105 °C tot constant gewicht.

**3. As**

*Reagentia*

— Zwavelzuur s.g. 1,84.

— Ammoniumcarbonaat, p.a.

3.1. Gloei een porseleinen of platina schaalje uit, laat afkoelen in een exsiccator en weeg nauwkeurig ( $W_0$ g).

3.2. Weeg in de schaal nauwkeurig 2-5 g van het monster af (gewicht monster + schaal =  $W_1$ g).

3.3. Meng met 1 ml zwavelzuur.  
Verdrijf de overmaat zwavelzuur door matige verhitting en gloei.

3.4. Indien de as nog kooldeeltjes bevat, herhaal dan deze bewerking met enige druppels zwavelzuur.

3.5. Laat afkoelen. Voeg enig ammoniumcarbonaat toe en gloei opnieuw.

3.6. Laat afkoelen in een exsiccator en weeg nauwkeurig ( $W_2$ g).

3.7. Bereken het sulfaatgehalte (A) in percenten uit :

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

Het asgehalte en percenten is dan  $0,8 \times A$ .

4. **Zand**

*Reagentia*

— Zoutzuur 4 n.

- 4.1. Voeg aan de volgens 2 verkregen sulfaatas 25 ml zoutzuur toe.
- 4.2. Bedek de schaal met een horlogeglas, kook voorzichtig gedurende 10 minuten en laat afkoelen.
- 4.3. Filtreer het residu af door een asvrij filter. Was met warm water uit totdat het filtraat zuurvrij is. Veras het filter en gloei.
- 4.4. Laat afkoelen in een exsiccator en weeg.  
Herhaal het gloeien en afkoelen totdat het verschil tussen twee opeenvolgende wegingen minder dan 1 mg bedraagt ( $W_3$ g).
- 4.5. Bereken het zandgehalte (Z) in percenten luit :

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

5. **Keukenzout in mosterd**

*Reagentia*

Salpeterzuur, 65 %

Kaliumpermanganaat-oplossing, 5 %

Zilvernitraat-oplossing, 0,1 n

Kaliumthiocyanaat-oplossing, 0,1 n

IJzer (III) ammoniumsulfaat, verzadigde oplossing.

- 5.1. Breng in een konische golf van 300 ml 3-4 g (p gram) van het mosterd, nauwkeurig afgewogen, en voeg toe 40,00 ml zilvernitraat-oplossing. Meng zorgvuldig, voeg toe 15 ml salpeterzuur en breng de inhoud van de kolf voorzichtig aan de kook. Voeg aan de kokende vloeistof driemaal 5 ml kaliumpermanganaat-oplossing toe. Schud na iedere toevoeging even om. Kook na de laatste toevoeging nog even door. Voeg vervolgens 50 ml water toe.
- 5.2. Filtreer de inhoud van de kolf door een papieren filter in een maatkolf van 200 ml. Was de konische kolf en het filter goed na met water. Vul de oplossing in de maatkolf met water aan tot de maatstreep en meng.
- 5.3. Titreer 100 ml van de onder 5.2. verkregen oplossing met kaliumthiocyanaat-oplossing (a ml), in aanwezigheid van 2 ml ijzer (III) ammoniumsulfaat-oplossing. Titreer vervolgens 20,00 ml van de zilvernitraat-oplossing met kaliumthiocyanaat-oplossing (b ml).

- 5.4. Het keukenzoutgehalte van de waar is :

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

waarin

n = de titer van de kaliumthiocyanaat-oplossing.

6. **Kleurstoffen**

Verricht het onderzoek op de wijze als in de Benelux-referentiemethoden voor het opsporen en identificeren van in levensmiddelen aanwezig in water oplosbare synthetische kleurstoffen, M (76) 10, is aangegeven.

7. **Aantonen van conserveermiddelen**

Zal in een afzonderlijke beschikking worden geregeld.

8. **Zwaveligzuuranhydride**

*Reagentia*

— stikstof, chemisch zuiver uit cilinder

— fosforzuur, 85 % pro analysi

— waterstofperoxide, 0,2 %

Verdun 0,7 ml waterstofperoxide 30 % met water tot 100 ml. Bereid deze oplossing dagelijks vers.

— natriumhydroxide, 0,01 n

Stel de titer op kaliumwaterstofftalaat

— methanol, pro analysi

— mengindicatoroplossing

Meng 100 ml alcoholische methylrood oplossing (0,03 % m/v) met 100 ml alcoholische methyleenblauw oplossing (0,05 % m/v). Filtreer.

— destillatie apparaat, zie figuur 1.

- 8.1. Breng in het ontvangvat van het destillatie-apparaat 10 ml waterstofperoxide-oplossing en 60 ml gedestilleerd water. Voeg enige druppels mengindicatoroplossing toe en neutraliseer zonodig met 1 à 2 druppels 0,01 n natuurhydroxide-oplossing.
- 8.2. Sluit het ontvangvat op het destillatie-apparaat aan. Schakel in serie aan het ontvangvat een wasfles met 25 ml eveneens geneutraliseerde waterstofperoxide.
- 8.3. Weeg 40 g van de waar in de 250 ml destillatiekolf af en voeg achtereenvolgens 50 ml gedestilleerd water en 50 ml methanol toe. Meng zo goed mogelijk.

- 8.4. Verdring de lucht, na bevestiging van de kolf aan het apparaat, door gedurende 10 minuten stikstof door te leiden. De snelheid van de gasstroom gedurende de destillatie moet zodanig zijn dat de gasbellen te tellen zijn in de wasfles.
- 8.5. Voeg door de scheidtrechter 15 ml fosforzuur toe, licht daartoe de glazen stop op het ontvangvat op.
- 8.6. Breng de kolfinhoud na goed mengen snel aan de kook en onderhoud zacht koken gedurende 30 minuten precies aan. Vermijd aanbranden door oververhitting aan de onderzijde van de kolf.
- 8.7. Ontkoppel het ontvangvat van het destillatie-apparaat, sluit de stikstofstroom af en spoel de inleidbuis van het ontvangvat af met gedestilleerd water.
- 8.8. Titreer de inhoud van het ontvangvat met natriumhydroxyde tot dat de indicator naar groen omslaat.
- 8.9. Bereken het zwaveligzuurhydride gehalte in milligram per kilogram waar :

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

waarin :

V = het aantal millimeters natriumhydroxyde-oplossing gebruikt bij de titratie

N = normaliteit van de natriumhydroxyde-oplossing

P = de afgewogen hoeveelheid monster in grammen

Zie figuur 1.

#### 9. Benzoëzuur en sorbinezuur

Zal in een afzonderlijke beschikking worden geregeld.

#### 10. Gehalte aan mosterdolie

Onder het gehalte aan mosterdolie wordt verstaan het gehalte aan totaal etherisch extract.

##### *Reagentia*

— Diethylether droog en peroxidevrij.

— Zand, met zoutzuur gewassen en gegloeid.

- 10.1. Meng 10 gram van het monster met ca. 30 gram zand in een droog-schaaltje van kwarts, aluminium of porcelein, voorzien van een klein roerstaafje.  
Verwarm het schaalje met inhoud op een waterbad tot het mengsel vrijwel droog is.  
Verwarm daarna nog korte tijd in een droogstoof bij een temperatuur van 102 - 105 °C.

- 10.2. Homogeniseer het gedroogde mengsel en breng het kwantitatief over in een papieren huls, van een Soxhletextractieapparaat. Plaats de huls in het extractieapparaat en extraheer gedurende 16 uur met ether.
- 10.3. Destilleer de ether op een waterbad af en droog het residu gedurende 30 minuten in een droogstoof bij een temperatuur van 102 - 105 °C. Koel af tot kamertemperatuur en weeg.
- 10.4. Het gehalte aan mosterdolie in de waar bedraagt :
- $$\frac{100 W}{P} \%$$
- waarin :
- W = de massa van het residu in grammen  
P = het aantal grammen in bewerking genomen waar.

11. **Cellulose**

11.1. *Reagentia*

- ethanol 96 % (v/v)
- diethylether
- azijnzuur 70 % (v/v)
- salpeterzuur gec. (d = 1,40)
- verzadigde oplossing van trichloorazijnzuur in water
- as-vrije filters.

11.2. *Werkwijze*

- 11.2.1. Weeg 10 gram mosterd tot op 1 mg nauwkeurig af in een konische kolf van 500 ml, voeg 50 ml alcohol toe en schud krachtig. Voeg 40 ml ether toe, schud wederom krachtig en laat 5 min. staan.
- 11.2.2. Giet de alcohol-etherlaag voorzichtig af en extraheer de kolfinhoud nog tweemaal met telkens 40 ml ether, giet na elke extractie de etherlaag af en damp na de laatste extractie nog in de kolf aanwezige etherresten af onder vacuüm.
- 11.2.3. Voeg aan het residu in de kolf 200 ml van een oplossing toe verkregen door het mengen van :
- 225 ml azijnzuur 7 % (v/v)
  - 15 ml salpeterzuur
  - 6 ml verzadigde waterige trichloorazijnzuuroplossing.
- Breng enkele kooksteentjes in de kolf en kook gedurende 30 min. onder terugvloeiing.
- 11.2.4. Filtreer de nog warme kolfinhoud door een Büchner-trechter waarin zich een gewogen as-vrij filter bevindt. Was het residu eerst met kokend water tot het filtraat zuurvrij is en vervolgens met 20 ml ethanol en 20 ml ether.

11.2.5. Breng het filter over in een verassingsschaaltje en bepaal door droging tot constant gewicht bij  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  het gewicht van het residu tot op 1 mg nauwkeurig (a gram).

11.2.6. Veras filter en residu bij  $600^\circ\text{C}$  en bepaal, na het afkoelen van het verassingsschaaltje in een exsiccator op kamertemperatuur, het gewicht van de as tot op 1 mg nauwkeurig (b gram).

### 11.3. *Berekening*

Het cellulosegehalte van de waar in % (m/m) bedraagt :

$$\frac{100 \times (\text{gew. neerslag a} - \text{gew. neerslag « blanco »} - (\text{gew. as b}))}{10}$$

Het gewicht van de blanco neerslag is het gewicht van het residu 11.2.5. verkregen door een blanco-bepaling uit te voeren vanaf punt 11.2.3.

Het cellulosegehalte van de waar in % (m/m) van de droge stof bedraagt :

$$\frac{100 \times (\text{gew. neerslag a} - \text{gew. neerslag « blanco »} - (\text{gew. as b}))}{10} \times \frac{100}{100 - V}$$

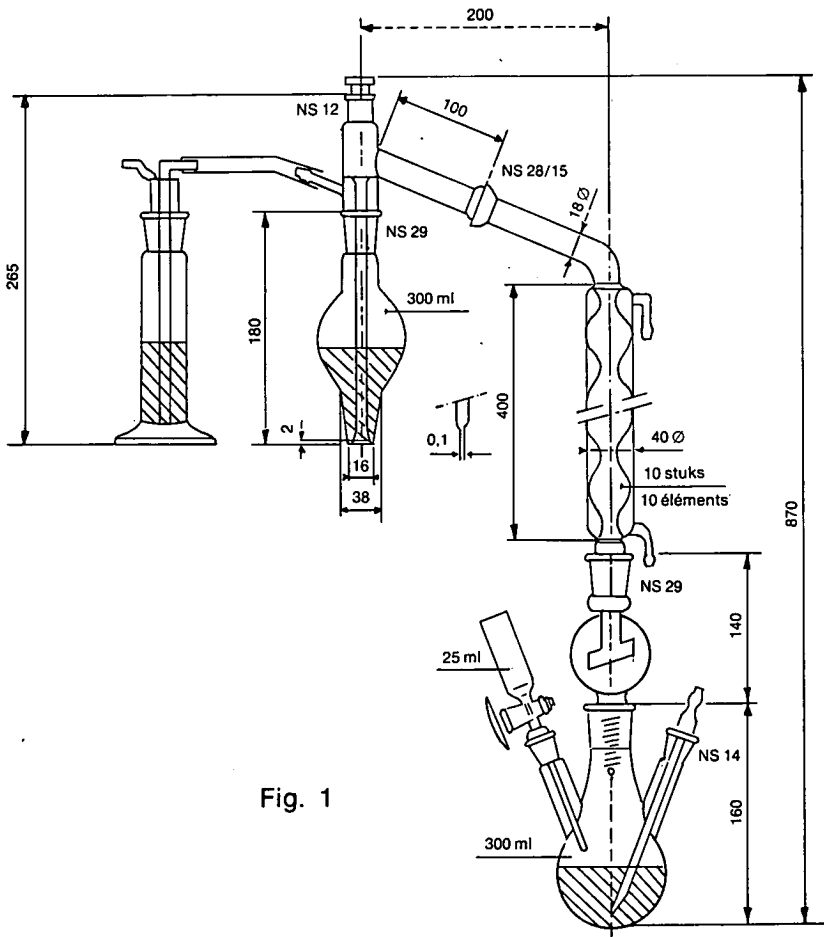
waarin :

a = het gewicht van het residu van het monster in gram (11.2.5.)

gew. neerslag « blanco » = het gewicht van het residu van de blanco-bepaling in gram (11.2.5.)

b = het gewicht van de as in gram (11.2.6.)

V = het vochtgehalte van de waar in % (m/m).



NS = rodage normalisé  
normaal slijpstuk

DESTILLATIE-APPARAAT VOLGENS TANNER

APPAREIL DE DISTILLATION SELON TANNER