

1540

DECISION

**du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux
concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux
en matière d'extrait de viande et de bouillon de viande**

M (72) 12

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

Vu l'article 1^{er} du Protocole 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 11 décembre 1968, relative à l'harmonisation des législations en matière d'extrait de viande et bouillon de viande, M (68)17,

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

Les Gouvernements des trois pays du Benelux prendront, avant le 1^{er} juillet 1972, les mesures nécessaires afin d'introduire dans leurs législations comme seules méthodes de référence valables, les méthodes d'analyse ci-annexées relatives à l'extrait de viande et au bouillon de viande.

Fait à Bruxelles, le 11 avril 1972.

Le Président du Comité de Ministres,

Th. WESTERTERP

1541

**METHODES D'ANALYSE DE REFERENCE BENELUX
en matière d'extrait de viande et de bouillon de viande****M (72) 12, Annexe****1. HUMIDITE****Réactif :**

— Sable traité à l'acide chlorhydrique, lavé jusqu'à disparition des chlorures et séché.

- 1.1. Tarer une capsule à fond plat avec couvercle renfermant 20 à 25 g de sable et munie d'une baguette de verre. Y déposer une quantité de la denrée contenant 1 à 2 g de matière sèche. Peser couvercle fermé.

Si la denrée est complètement soluble dans l'eau, prélever un volume de solution renfermant un poids équivalent de matière sèche.

- 1.2. Au besoin, en s'aidant de la baguette de verre, réduire la denrée en pâte fluide après addition d'un peu d'eau distillée. Evaporer au bain-marie, puis dessécher à l'étuve à $103 \pm 2^\circ \text{C}$ jusqu'à poids constant. Conserver la matière sèche pour le dosage de la matière grasse.

2. CREATININE**Réactifs**

- Oxyde d'aluminium selon Brockmann.
- Solution aqueuse d'acide picrique à 1,2 %.
- Solution d'hydroxyde de sodium 4 n.
- Ether répondant à l'essai de pureté suivant :
agiter 20 ml d'éther et 5 ml d'eau distillée ; à la couche aqueuse ajouter 1,5 ml de la solution d'acide picrique et 1 ml de la solution d'hydroxyde de sodium 4 n. La coloration du mélange ne doit pas être plus prononcée que celle obtenue par addition des mêmes quantités d'acide picrique et de NaOH à 5 ml d'eau distillée.
- Acide chlorhydrique n.
- Acide chlorhydrique 4 n.
- Solution étalon de créatinine :
dans un matras jaugé de 1 litre, dissoudre 1,603 g de sel double de créatinine et de chlorure de zinc dans 500 ml d'eau distillée ; ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique n et compléter à 1 litre avec de l'eau distillée. Cette solution renferme 1 mg de créatinine par ml. Elle se conserve pendant 6 mois.

1542

- 2.1. Préparer une solution de la denrée renfermant une quantité de créatinine de l'ordre de 1 mg par 5 ml de solution. En l'absence de données au sujet de la teneur escomptée, dissoudre dans de l'eau chaude : 1 g d'extrait de viande 3 g de consommé ou de bouillon concentré, 10 g de bouillon en tablettes, cubes, granulés, poudre ou pâte ; après refroidissement complet, au moyen d'eau distillée, au volume de 250 ml dans un matras jaugé. Au besoin, centrifuger la solution. Filtrer sur un filtre plissé pour éliminer éventuellement les graisses surnageantes.
- 2.2. Transvaser 5 ml de la solution dans une capsule de porcelaine et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique 4 n.
Evaporer à sec au bain-marie.
Après refroidissement, reprendre le résidu par 15 ml d'eau et filtrer la solution, en aspirant légèrement sur une colonne d'oxyde d'aluminium préparée en déposant successivement un tampon d'ouate, puis 3 g d'oxyde d'aluminium, dans un tube de verre de 8 mm de diamètre dont la partie inférieure est rétrécie. Introduire 5 ml du filtrat clair dans une petite capsule de porcelaine, ajouter 2 gouttes d'acide chlorhydrique 4 n, et réduire à un petit volume par évaporation.
- 2.3. Transvaser le liquide dans un grand tube à réaction et laver la capsule à l'aide de quelques gouttes d'eau distillée. Le volume de la solution ne doit pas dépasser 1 ml. Agiter à 4 reprises, chaque fois avec 5 ml d'éther, en évitant les projections sur le bouchon (verre ou caoutchouc). Aspirer chaque fois l'éther à l'aide d'une pipette. Transvaser à nouveau la phase aqueuse du tube à réaction dans la capsule de porcelaine, rincer le tube à l'eau et évaporer à sec au bain-marie.
- 2.4. Dissoudre le résidu dans 2 ml d'eau distillée, ajouter 1,5 ml de solution d'acide picrique à 1,2 % et 0,6 ml de solution d'hydroxyde de sodium 4 n. Mélanger, laisser reposer 5 minutes exactement et diluer à 50 ml avec de l'eau distillée dans un matras jaugé.
- 2.5. Après un temps déterminé compris entre 5 et 20 minutes, mesurer, au photomètre à 500 nm, l'absorption par rapport à un blanc obtenu en ajoutant à 2 ml d'eau, 1,5 ml de la solution d'acide picrique à 1,2 %, 0,6 ml d'hydroxyde de sodium 4 n et complété à 50 ml avec de l'eau distillée.
- 2.6. En respectant les mêmes conditions de temps, tracer une courbe d'étalonnage en mesurant les différences d'absorption entre des solutions de concentrations connues de créatinine et l'essai à blanc. Diluer 10 fois la solution étalon de créatinine avec de l'eau. Pipeter 0 ml, 0,3 ml, 0,8 ml, 1,4 ml, 2,0 ml et 3,0 ml dans

1543

une série de capsules de porcelaine. Diluer le contenu des trois premières capsules avec de l'eau jusqu'à 2,0 ml. Evaporer à sec le contenu de la dernière capsule au bain-marie et reprendre le résidu par 2 ml d'eau distillée. Traiter les capsules par l'acide picrique et l'hydroxyde de sodium selon 2.4.

- 2.7. Calculer la teneur en créatinine de la solution obtenue en 2.4. en comparant, aux valeurs de la courbe d'étalonnage, son absorption mesurée en 2.5.

La quantité en mg de créatinine contenue dans la quantité de denrée pesée en 2.1. est obtenue en multipliant par 150 la quantité en mg de créatinine contenue dans les 50 ml de la solution préparée en 2.4.

3. CHLORURE DE SODIUM

Réactifs

- Acide nitrique 4 n.
- Acide nitrique concentré p.s. 1,40.
- Persulfate de potassium : $K_2S_2O_8$.
- Formaldéhyde : solution à 35 %.
- Nitrate d'argent : solution 0,1 n.

Faire sécher du nitrate d'argent pendant 2 heures à 150° C et refroidir dans un dessiccateur. Dissoudre 16,989 g dans de l'eau et diluer jusqu'à 1000 ml.

- Solution de thiocyanate de potassium 0,1 n

Dissoudre environ 9,7 g de thiocyanate de potassium dans de l'eau et diluer jusqu'à 1000 ml. Déterminer le titre de cette solution, jusqu'à la quatrième décimale, au moyen de la solution de nitrate d'argent en présence de solution d'indicateur.

- Solution d'indicateur :

Dissoudre 200 g de fer (III) ammonium sulfate dans 1000 ml d'eau et ajouter de l'acide nitrique (d 1,40) jusqu'à disparition de la couleur brune. Conserver la solution dans une bouteille brune.

- 3.1. Dissoudre 2 à 3 g de la denrée dans de l'eau distillée et filtrer la solution au besoin. Transvaser la solution ou le filtrat dans un matras jaugé de 500 ml. Acidifier par de l'acide nitrique 4 n et compléter ensuite à 500 ml au moyen d'eau distillée.
- 3.2. A 25 ml de la solution ou du filtrat, renfermant au maximum 0,130 g de chlorure de sodium, ajouter 5 ml d'acide nitrique concentré et 25 ml exactement mesurés de solution de nitrate d'argent 0,1 n.

1544

Porter ensuite à ébullition, et, en maintenant une ébullition modérée, ajouter très prudemment par petites portions, du persulfate de potassium, jusqu'à ce que le liquide surnageant le précipité de chlorure d'argent devienne incolore ou presque, ce qui s'obtient généralement en 5 à 15 minutes.

Ajouter ensuite 5 ml de solution de formaldéhyde et faire bouillir un moment. Après refroidissement ajouter de l'eau distillée jusqu'à volume d'environ 150 ml et titrer l'excès de nitrate d'argent par la solution de thiocyanate de potassium 0,1 n en présence de 2 ml de la solution d'indicateur.

3.3. Calculer comme suit le pourcentage de chlorure de sodium :

$$\% \text{ NaCl} = \frac{(25t_{\text{Ag}} - Vt_{\text{Rh}}) 117}{P}$$

t_{Ag} = titre en normalité sol. AgNO_3

t_{Rh} = titre en normalité sol. thiocyanate de potassium

V = ml de sol. de thiocyanate de potassium

P = g de denrée pesée.

4. MATIERE GRASSE

Réactif

— Ether de pétrole P.E. 40-60° C.

Extraire complètement par l'éther de pétrole, la matière sèche obtenue lors du dosage de l'humidité. Distiller le solvant. Sécher à l'étuve à température de $103 \pm 2^\circ \text{C}$ jusqu'à poids constant. Le résidu est considéré comme étant la matière grasse.

5. COLORANTS

L'examen est effectué conformément aux dispositions nationales des trois pays adaptées aux Recommandations du Comité de Ministres du 31 mars 1965, M (65) 4 et du 17 octobre 1966, M (66) 14 relatives à l'application de méthodes de référence Benelux pour la recherche et l'identification respectivement des colorants synthétiques solubles dans l'eau, et des colorants liposolubles, présents dans les denrées alimentaires.