

1550

DECISION

du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux
concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux
en matière de potages

M (72) 14

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 de potages, M (68) 18,

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 aux potages.

Fait à Luxembourg, le 29 mai 1972.

Le Président du Comité de Ministres,

Th. WESTERTERP

1551

METHODES D'ANALYSE DE REFERENCE BENELUX

en matière de potages
M (72) 14, Annexe

1. CHLORURE DE SODIUM

Réactifs

- 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.
- Thiocyanate de potassium : solution 0,1 n
- Ammonium fer (III) sulfate : solution saturée.

1.1. Dissoudre aussi bien que possible, dans l'eau froide, 5 g de la denrée, réduite préalablement en poudre si elle est solide, et compléter au volume de 250 ml dans un matras jaugé. Filtrer si la denrée n'est pas complètement dissoute.

1.2. A 25 ml de la solution ou du filtrat (ou à un volume moindre dilué à 25 ml par de l'eau distillée) renfermant au maximum 0,130 g de chlorure de sodium, ajouter 5 ml d'acide nitrique concentré et 25 ml exactement mesuré de solution de nitrate d'argent 0,1 n.

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 diluer à 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'ammonium fer (III) sulfate comme indicateur.

1552

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

$$\% \text{ NaCl} = \frac{(25 t_{\text{Ag}} - V_1 t_{\text{Rh}})}{V_0 \times P} \times 58,5 \times 25$$

t_{Ag} = titre en normalité sol. nitrate d'argentt_{Rh} = titre en normalité sol. thiocyanate de potassiumV₁ = nombre de millilitre de thiocyanate de potassium utiliséV₀ = nombre de millilitre de solution ou de filtrat utilisé

P = g de denrée pesée.

2. CREATININE

Réactifs

— Oxyde d'aluminium selon Brockmann

— Amberlite I.R. 120 (H)

— Ammoniaque 1 %

— Solution aqueuse d'acide picrique à 1,2 %

— Acide trichloracétique à 20 %

— 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.

2.1. Potages ne contenant pas d'amidon

2.1.1. Dans un matras jaugé de 250 ml, dissoudre dans l'eau chaude un poids de la denrée tel que la solution finale contienne une quantité de créatinine de d'ordre de 1 mg par 5 ml.

Refroidir et compléter à 250 ml par de l'eau distillée.

Au besoin, centrifuger la solution.

Filtrer sur un filtre plissé pour éliminer éventuellement les graisses.

1553

- 2.1.2. Transvaser 5 ml de la solution dans une capsule de porcelaine et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique 4 n.
Évaporer 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.
- 2.1.3. 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 quatre reprises, chaque fois avec 5 ml d'éther, en évitant les projections sur le bouchon (de caoutchouc ou de verre).
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 et évaporer à sec au bain-marie.
- 2.1.4. 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.
- 2.1.5. 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 compléter à 50 ml avec de l'eau distillée.
- 2.1.6. En respectant les mêmes conditions de temps, tracer une courbe d'étalonnage en mesurant les différences d'absorption entre des solutions à concentrations connues de créatinine et l'essai à blanc. Diluer à 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 une série de capsules de porcelaine. Diluer le contenu des trois premières capsules avec de l'eau jusqu'à 2,0 ml. Évaporer à sec le contenu de la dernière capsule au bain-marie et reprendre le résidu par 2 ml d'eau distillée.

1554

Traiter les capsules par l'acide picrique et l'hydroxyde de sodium selon 2.1.4.

- 2.1.7. Calculer la teneur en créatinine de la solution obtenue en 2.1.4. en comparant, aux valeurs de la courbe d'étalonnage, son absorption mesurée en 2.1.5. La quantité en mg de créatinine contenue dans la quantité de denrée pesée en 2.1.1. est obtenue en multipliant par 150 la quantité en mg de créatinine contenue dans les 50 ml de la solution préparée en 2.1.4.

2.2. Potages renfermant de l'amidon ou des dérivés d'amidon.

- 2.2.1. Dans un matras jaugé de 100 ml, dissoudre dans de l'eau chaude un poids de la denrée tel que la solution finale contienne une quantité de créatinine de l'ordre de 0,045 mg par ml.

Mélanger, refroidir et compléter à 100 ml par de l'eau distillée. Centrifuger le mélange obtenu. Si une légère couche de graisse surnage sur le produit de la centrifugation, le filtrer sur un filtre plissé.

- 2.2.2. Transférer 50 ml du filtrat dans un matras jaugé de 100 ml, y ajouter 10 ml d'acide trichloracétique, mélanger, placer le matras dans un bain-marie bouillant. Après 15 minutes, refroidir et compléter jusqu'à 100 ml par de l'eau distillée. Filtrer le mélange.

- 2.2.3. Pipeter 20 ml du filtrat 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.

- 2.2.4. Pipeter 10 ml de l'éluat obtenu selon 2.2.3. sur une colonne d'amberlite, préparée en déposant successivement un tampon d'ouate puis, à l'aide d'un petit entonnoir, 3 g d'amberlite avec de l'eau, dans un tube de verre de 10 mm de diamètre dont la partie inférieure est pourvue d'un robinet.

Ouvrir légèrement le robinet de telle sorte que le liquide s'écoule goutte à goutte de la colonne en 10 minutes. Laver la colonne, en une demi-heure à peu près, à l'aide de 100 ml d'eau. Remplacer le récipient collecteur par une capsule de porcelaine placée immédiatement sous l'orifice d'écoulement.

1555

Faire couler environ 75 ml d'ammoniaque par la colonne à un rythme tel que celui-ci soit recueilli en 40 minutes environ. Evaporer à sec au bain-marie.

- 2.2.5. Dissoudre le résidu dans 2 ml d'eau distillée, ajouter 1,5 ml de solution d'acide picrique et 0,6 ml de solution d'hydroxyde de sodium. Mélanger, laisser reposer 5 minutes exactement. Diluer le contenu de la capsule à l'aide d'eau et transférer le liquide de la capsule dans un matras jaugé de 50 ml.
- 2.2.6. 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 et 0,6 ml de solution d'hydroxyde de sodium et en complétant à 50 ml avec de l'eau distillée.
- 2.2.7. En respectant les mêmes conditions de temps tracer une courbe d'étalonnage en mesurant les différences d'absorption entre des solutions de concentration 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 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 2.2.5.
- 2.2.8. Calculer la teneur en créatinine de la solution obtenue en 2.2.5. en comparant, aux valeurs de la courbe d'étalonnage, son absorption mesurée en 2.2.6. La quantité de mg de créatinine obtenue dans la quantité de denrée pesée en 2.2.1. est obtenue en multipliant par 15 la quantité en mg de créatinine contenue dans les 50 ml de la solution préparée en 2.2.5.

3. ANHYDRIDE SULFUREUX

Réactifs

- 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

1556

- 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, p. 1558).
- 3.1. 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 de soude 0,01 N.
 - 3.2. 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.
 - 3.3. Peser 50 g du produit préparé ou 5 à 10 g de la denrée sous forme deshydratée 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.
 - 3.4. 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.
 - 3.5. Par l'ampoule à décantation, ajouter 15 ml d'acide phosphorique après avoir enlevé le bouchon de verre du récepteur. Replacer celui-ci.
 - 3.6. Après avoir bien mélangé le contenu du ballon, porter à ébullition et maintenir une ébullition modérée pendant 30 minutes exactement. Éviter toute surchauffe de la partie inférieure du ballon.
 - 3.7. Détacher le récepteur de l'appareil de distillation, couper le courant d'azote et rincer le conduit du récepteur avec de l'eau distillée.
 - 3.8. Titrer le contenu du récepteur à l'aide de l'hydroxyde de sodium jusqu'à virage au vert de l'indicateur.
 - 3.9. Calculer la teneur en dioxyde de soufre, 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 de soude utilisés pour le titrage

N = la normalité de l'hydroxyde de sodium

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

Voir figure 1. (page 1558)

1557

4. RECHERCHE DES COLORANTS

La recherche des colorants synthétiques s'effectue 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.

5. DETERMINATION DU NOMBRE DE MICRO-ORGANISMES AEROBIES ET ANAEROBIES REVIVIFIABLES

Cette méthode fera l'objet d'un complément à la présente Décision.

6. EPREUVE DE STERILITE

Cette méthode fera l'objet d'un complément à la présente Décision.

1558

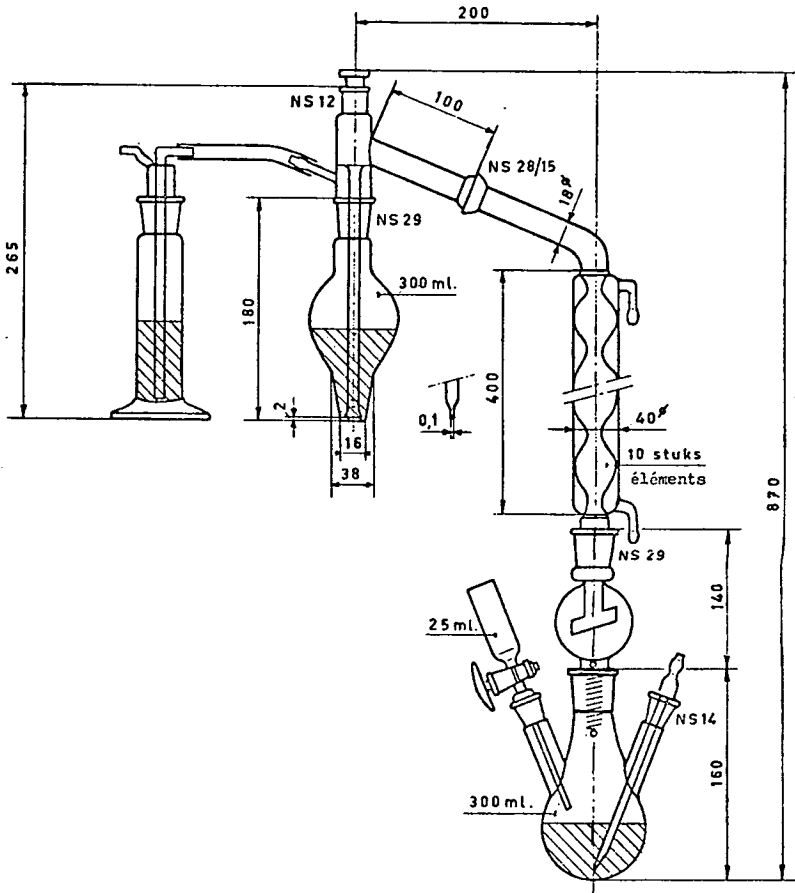


Fig. 1

DESTILLATIE-APPARAAT VOLGENS TANNER
APPAREIL DE DISTILLATION SELON TANNER

NS = normaal slijpstuk
rodage normalisé