

Proposal for a directive of the Council relating to the approximation of
the regulations of Member States concerning colouring materials which
may be used in food products intended for human consumption
COM (61) 124 final, 26 July 1961

Supplement to

BULLETIN

of the European Economic Community

Pages 8-21

N° 9/10 - 1961

SECRETARIAT OF THE COMMISSION OF
THE EUROPEAN ECONOMIC COMMUNITY

ANNEX II

Proposal for a directive of the Council relating to the approximation of the regulations of Member States concerning colouring materials which may be used in food products intended for human consumption

(The Commission's proposal to the Council)

1. The proposal for a directive submitted to the Commission seeks to constitute a first stage in the harmonization of the legislation of Member States relating to colouring materials the use of which is authorized for colouring food products.

It has been prepared by the sub-group on "additives" set up by the Working Party established for the harmonization of legislation on foodstuffs. This sub-group called together experts of the Member States who are responsible for legislation concerning additives to food products; it has been assisted in its work by a Scientific Commission, composed of four distinguished members, holding positions in Conseils Supérieurs d'Hygiène or equivalent bodies in the Member States.

The sub-group, as well as the Working Party on legislation on foodstuffs, except for certain points of disagreement on Article 2, unanimously adopted the draft directive, subject to verbal amendments.

This draft was the subject of an opinion of the Agricultural and Food Industries Committee of the Union of Industries of the European Community (UNICE) and the International Secretariat of Trade Groups in the Chemical Industries of the EEC countries.

2. The directive only constitutes a first stage in the harmonization of regulations. Indeed, it seeks to harmonize the various lists of colouring materials, the use of which in food products is authorized in the Member States. However, it is also necessary to define the conditions under which colouring

materials may be used, particularly the food products which may be coloured by means of one or more or all of the colouring materials specified in the list. At the present stage of the discussions with the experts it has been impossible to reach complete agreement on this point (Art. 5). This harmonization is indeed closely linked to that of the provisions concerning each product, and must, therefore, be the subject of a second stage in the endeavour.

3. Lists of colouring materials, the use of which is authorized for the colouring of the food products, exist in the six Member States. These lists of colouring materials are to be found in the following provisions, which, following the adoption of the directive by the Council, will require to be amended:

1. *Belgium*. Royal Decree of 27 October 1959 concerning colouring materials for food products, published in *Moniteur Belge*, 3 December 1959, brought into force by the Ministerial Decree of 25 August 1960, published in *Moniteur Belge*, No. 223 of 16 September 1960.

2. *Germany*. Ordinance concerning the addition of extraneous colouring matter (*Farbstoff — VO*) of 19 December 1959, *Bundesgesetzblatt* 1959, Volume I, No. 52, p. 756. Ordinance concerning the addition of extraneous colouring matter as an additive to food products (*Allgemeine Fremdstoff Verordnung*) of 19 December 1959 (Gold and Silver), *Bundesgesetzblatt* 1959, p. 742.

3. *France*. Decree of 25 March 1958 amending the Decree of 28 June 1912 con-

cerning the colouring of food products — *Journal Officiel* No. 83, 7-8 and 9 April 1958, p. 3426.

4. *Italy*. Decree of the High Commission for Hygiene and Public Health, 23 December 1957 (*Gazzetta Ufficiale*, 9 January 1958, No. 6).

5. *Luxembourg*. Grand Ducal Decree of 25 August 1959, concerning colouring matter for food products, published in *Mémorial*, No. 44 of 29 September 1959, pp. 1095-1100.

6. *Netherlands*. Royal Decree of 4 August 1958 (*Staatsblad* 407, p. 807), amended 9 October 1959, *Staatsblad* 362, and 20 December 1960, *Staatsblad* 610.

From an examination of these provisions, it appears that no legislative provision within the meaning of Article 100 requires to be amended, so that Article 100 (2) is therefore not applicable and, in consequence, consultation with the Economic and Social Committee and with the Assembly is not necessary from a legal point of view.

4. The principles which have guided the experts of the Member States and the staff of the Commission in preparing the common list have been:

a) The desire to protect public health.

All the colouring materials included have been so included on account of their harmless nature. When a colouring material has hitherto been prohibited in one or more of the Member States, its inclusion in the common list has not been made unless accurate modern toxicological data confirms its harmless nature. In certain cases a long tradition of use without harm to public health in the six Member States has justified the retention on the common list of certain colouring materials for which modern toxicological data does not exist. In some cases, their use has been limited to the colouring of the surface of products.

b) Practical economic considerations.

These considerations have led some experts from the time that the harmless nature of

certain colouring material was established to accept the admission of these colouring materials to the common list, although, hitherto prohibited by their own legislation, but important for the economy of one or more Member States.

Nevertheless, in the desire not to over extend the list of colouring materials some experts withheld authorization of colouring materials the use of which in the economic sphere was not of fundamental importance.

5. For certain colouring materials listed in Article 2, the experts were not unanimous, some objecting to the inclusion of colouring materials without sufficient scientific data, or suggesting their restricted use, whereas others were for the moment neither able to supply scientific data, which does not yet exist, nor to abandon the use of these colouring materials in the economic sphere. It has thus been necessary to provide a time-limit of three years during which the legislation of the Member States on this topic is permitted to remain unaltered, whether it forbids the use of these materials or whether it authorizes it. The Council, at the expiration of this period, on a proposal of the Commission, shall decide upon the authorization of these colouring materials. During this lapse of time, those Member States wanting these colouring materials to be added to the common list shall allow a sufficient time to enable the necessary scientific researches to be made, if they believe them to be necessary. Failing a decision of the Council, these colouring materials shall be prohibited as from the expiration of this period. As respects "erythosin", one of the colouring materials specified in Article 2, it should be noted that the Scientific Commission unanimously issued a recommendation in the following terms: "In so far as toxicological experiments having the specific aim of studying the influence of iodine as a colouring material upon activity of the thyroid, particularly during growing years, have not been made, and may lead to results enabling this possibility to be ruled out, the Scientific Commission recommends that the use of this colouring material should be limited in such a way that its absorption by

children is reduced to the minimum". The sub-group on "additives" had first sought to reach a solution by suggesting limiting the use of this colouring material to the colouring of whole fruit or fruit in segments. Certain experts were not in a position to agree to this compromise in its final form; they stressed the economic considerations, particularly the ease of the use of this colouring material in sweets, and the minute quantities used. The sub-group reached a compromise by which it would report the solution to the question in three years' time, toxicological studies of the type referred to by the Scientific Commission being able to be completed by then, and thus would not include this colouring material in the list in Appendix I, but in that set out in Article 2.

The experts were not able to be unanimous as to the list in Article 2. The Commission has felt it necessary to be guided by the desire manifested by all the experts to restrict as far as possible the list contained in that Article so that the harmonization brought about by Article 1 should not lose its effectiveness.

6. The use of certain materials which have both an aromatic and colouring property has not been regulated on a Community level, in view of the subsidiary colouring property of these products and their limited use because of their aromatic or sapid qualities. The provisions of municipal regulations thus remain in force on this subject (Article 3). However, if active colouring agents are extracted from these materials, and such as crocetin, are not included in the common list, their use is forbidden.

Moreover, it appeared unnecessary to state that the present directive does not cover the use of food products which possess a natural colour and which are employed in the preparation of certain foodstuffs, as, for example, fruit or vegetable juices, nor the use of preservatives in pork butchery which, such as pickling salts, cause a change in the colour of foodstuffs — and the use of which must be regulated at the time of the harmonization of the respective legislation on preservatives.

7. The list which has been harmonized does

not include the colouring materials which may be used (Article 4):

a) for the colouring of the shells of hard-boiled eggs. There is there a subsidiary problem, the colouring of Easter eggs in respect of which it has not seemed desirable to specify provisions at this stage;

b) for the colouring of tobacco and manufactured tobaccos. This matter must be dealt with later, tobacco not being strictly speaking a food product;

c) for the stamping of meat, of citrus fruits, the shells of eggs, the rinds of cheese and of other external parts not usually consumed with the food products. The colouring materials used in the stamping must thus subsequently be unified.

8. The provisions specified in the present directive for the colouring of food products have not been extended to chewing gum (Article 10) which is not a food product within the meaning of the laws of several Member States.

9. On account of the difference in the existing standards of purity in the various countries, it has been necessary to complete the list of colouring materials by the determination of common, general and specific standards of purity. In drawing up the specific standards of purity the work of FAO/WHO has been used as a basis by the members of the Scientific Commission; the report of the Scientific Commission has been accepted by the national experts (Article 8).

The defining of these general and specific standards of purity must be able to be readily adapted to advances in scientific research as well as the industrial methods of preparation. Moreover, if the experts of the Member States and the members of the Scientific Commission believe that the standards of purity must from now on be made compulsory, they believe they must be able to be revised by a rapid procedure, *pari passu* the findings of experiments which will be carried out in the laboratories of the Member States during the first years of the application of the present directive. It is thus proposed to the Council that it should delegate to the

Commission the revision of these standards, which shall decide after consultation with the Member States.

Moreover, supervision of the standards of purity requires the use of methods of analysis, and differences in these may lead in certain cases to differing application in the Member States. It is proposed for the same reasons as those advanced for the revision of the standards of purity, that the Commission should be given the power to determine after consultation with the Member States the methods of analysis to the extent necessary.

10. For similar reasons on account of the differences between materials which it is possible to use for diluting or dissolving the colouring materials, it has been necessary to draw up a list of authorized products (Article 6) subject to the same general standards of purity as for colouring materials (Article 7).

11. In order to enable and facilitate supervision, especially of the observance of the

standards of purity specified for colouring materials intended for human consumption and put on the market, the requirement to give certain information on the packings of these products has been specified, in particular the description "colouring for food products". Although this information is addressed principally to the supervisory services it has seemed to all the experts to be sufficient to enable a product to move freely, that the information should be set out in two languages of the Community, one of Latin origin and the other of German origin.

12. The time within which these provisions must be incorporated by the Member States has been fixed at 12 months; that in which they must be in actual operation in respect of food products intended to be offered for sale for consumption, has been fixed at 24 months, because of the need to exhaust certain stocks which may exist (Article 11).

Proposal for a directive

The Council of the European Economic Community,

Noting the provisions of the Treaty establishing the European Economic Community, and in particular those of Article 100,

Noting the proposal of the Commission,

Considering that within the field of the colouring materials which may be used in food products intended for human consumption, any regulation must primarily take account of the need for the protection of public health,

Considering, however, that differences in municipal regulations concerning these materials both hinder the free movement of food products intended for human consumption and may create unequal conditions of competition and thereby have direct incidence upon the establishment of the functioning of the Common Market,

Considering that the approximation of these regulations is necessary for the free movement of food products,

Considering that the harmonization of the regulations in this field requires, as a first stage, the drawing-up of a single list of the colouring materials, the use of which is authorized for colouring food products, as well as the defining of standards of purity to which these colouring materials must conform; that the harmonization of the conditions under which food products may be coloured must be made the subject of decisions of the Council during a second stage,

Considering that, to take account of economic needs in certain Member States, it is necessary to provide a time-limit during which for certain colouring matters the Member States may retain in force the existing authorizations or prohibitions, that at the beginning of this time-limit the Council shall be able to decide, in accordance with the result of scientific

research which will have been completed upon the possible authorization of these colouring materials,

Has adopted the present directive.

Article 1

1. Subject to the contrary provisions of Articles 2, 3 and 4, the Member States may authorize for the colouring of food products only the colouring materials specified in the Appendix I to the present directive and in addition compounds thereof formed with aluminium, calcium, potassium and sodium.

2. The use of the above mentioned materials for the colouring of food products may not be the subject of a general prohibition.

Article 2

1. During a period of three years from the notification of the present directive, the Member States may retain in force the provisions of the existing municipal regulations concerning the following colouring materials :

- i) Extracts of Persian berries, Rhamnetine, Rhamnasine
- ii) Alkenna, alkannin
- iii) Vegetable caramelin
- iv) Erythrosin
- v) Brilliant acid green BS (Lissamine green)
- vi) Ultramarine, when used for blueing sugars.

2. Before the expiration of the term stated in the preceding paragraph, the Council, on a proposal from the Commission, shall, in conformity with the provisions of Article 100 of the Treaty, determine upon the authorization of these colouring materials. In default whereof, this term shall constitute the date from which the time-limits referred to in Article 12 shall be calculated.

Article 3

The present directive shall not affect the provisions of the municipal regulations relating to natural materials used in the prepara-

tion of certain food products because of their aromatic or sapid properties, but which nevertheless have a subsidiary colouring effect, in particular paprika, tumeric, saffran, and sandalwood.

Article 4

The present directive shall not affect the provisions of municipal regulations concerning colouring materials authorized :

a) For the colouring of the shells of hard-boiled eggs, of tobacco and of manufactured tobacco ;

b) For the stamping of meat, citrus fruit, cheese rinds, egg shells and other external parts not usually consumed with food products.

Article 5

The present directive shall not affect either the provisions of municipal regulations specifying the food products permitted to be coloured by means of the materials referred to in Article 1 or the conditions governing this colouring.

Article 6

The Member States may authorize for diluting or dissolving the colouring materials referred to in Article 1 only the following products and none other :

- Carbonate and sodium bicarbonate
- Sodium chloride
- Sodium sulfate
- Glucoses
- Lactose
- Sucrose
- Dextrins
- Starches
- Ethyl alcohol
- Glycerole
- Sorbitol
- Edible oils and fats
- Beeswax
- Water

Article 7

Notwithstanding Articles 5 and 6, the Member States may authorize the use of litholrubine BK, even when mixed with paraffin wax, or with other harmless materials, only for the colouring of cheese rinds.

Article 8

The Member States shall pass all necessary provisions in order that :

- i) The materials referred to in Article 1 and employed to colour food products conform to the general and particular standards of purity laid down in the Appendix II to the present directive.
- ii) The products enumerated in Article 6 and employed to dilute or dissolve the colouring materials referred to in Article 1 conform to the general standards of purity laid down in the Appendix II, section A, paragraph 1 and paragraph 2 *b* to the present directive.

Article 9

1. The Member States shall pass all necessary provisions in order that the materials referred to in Article 1 shall not be offered for sale unless their packings or containers bear :

- a)* The name and the address of the producer or the seller trading within the European Economic Community ;
- b)* The heading and the number in accordance with the classification of the European Economic Community of the one or more colouring materials or of their compounds — the number to be stated in this case being that of the one or more colouring materials constituting the compound ;
- c)* The statement " colouring for food products ".

2. The Member States may not refuse the importation of the materials referred to in Article 1 provided that the information required by the preceding paragraph is given in two official languages of the European Economic Community, one of Germanic origin and the other of Latin origin.

Article 10

In relation to possible colouring, the provisions of the present directive shall apply to chewing gum.

Article 11

After consultation with the Member States, the Commission shall determine the methods of analysis necessary in order to supervise the standards of purity laid down in the Appendix II to the present directive ; it may amend these standards of purity after consultation with the Member States.

Article 12

Within a time-limit of one year from the notification of the present directive, the Member States shall amend their regulations in conformity with the preceding provisions. The new regulations shall apply to products offered for sale within the Member States not later than two years after this notification.

Article 13

The present directive shall not apply to the provisions of municipal regulations concerning products intended for export outside the European Economic Community.

Article 14

The present directive is addressed to all the Member States.

APPENDIX I

I. Colouring matters for mass or surface colouring

Colour	EEC Classification N° Denomination	Schultz	C.I.	D.F.G. (¹)	Chemical name or description
Yellow	1 Curcumin		(1 238)		
		1 374	75 300	139	1.7 di (4-hydroxy 3-methoxy phenyl) 1.6 heptadiene 3.5 dione
	2 Lactoflavine (Riboflavine)	—	—	111	6.7-dimethyl 9-(D'-1'-ribityl) isoalloxazine; 7.8-dimethyl 10-(2, 3, 4, 5-tetrahydroxypentyl) isoalloxazine
	3 Tartrazine		(640)		
		737	19 140	64	Trisodium salt of 4(4'-sulpho 1'-phenylazo) [1-(4'-sulphophenyl)-5-hydroxy pyrazole-3-carboxylic] acid
	4 Chrysoine S		(148)		
	186	14 270	26	Sodium salt of p-sulphobenzene azo-resorcinol or 2.4 dihydroxy azobenzene 4' sulphonic acid	
Orange	5 Quinoline Yellow		(801)		
		918	47 005	97	Disodium salt of 2-(2-quinoleyl) 1.3-indandione sulphonic acid
	6 Fast Yellow		(16)		
	172	13 015	23	Disodium salt of 1-(4'-sulpho 1'-phenylazo) 4-aminobenzene-5-sulphonic acid	
Orange	7 Orange Yellow S	—	15 985	29	Disodium salt of 1-(4'-sulpho 1'-phenylazo) 2-naphthol 6-sulphonic acid
	8 Orange GGN	—	15 980	32	Disodium salt of 1-(3'-sulpho 1'-phenylazo) 2-naphthol 6-sulphonic acid
Red	9 Cochineal, Carmine acid	1 381	(1 239) 75 470	107	Alkaline salts of carminic acid
	10 Orchil		(1 242)		
		1 386	—	141	Colouring matter extracted from litmus
	11 Azorubine		(179)		
		208	14 720	38	Disodium salt of 2-(4-sulpho-1'-naphthylazo) 1-naphthol 4-sulphonic acid

Colour	EEC Classification N°	Schultz Denomination	C.I.	D.F.G. (1)	Chemical name or description
	12	Amaranth	(184) 212 16 185	40	Trisodium salt of 1-(4'-sulpho-1'-naphthylazo) 2-naphthol 3,6-disulphonic acid
	13	Cochineal red A	(185) 213 16 255	41	Trisodium salt of 1-(4'-sulpho 1'-naphthylazo) 2-hydroxy 6,8-naphthalene disulphonic acid
	14	Scarlet GN	— 14 815	34	Disodium salt of 2-(6'-sulpho 1'-m xylylazo) 1-naphthol 5-sulphonic acid
	15	Ponceau 6 R	(186) 215 16 290	42	Tetrasodium salt of 1-(4'-sulpho 1'-naphthylazo) 2-naphthol 3, 6, 8 trisulphonic acid
Blue	16	Indanthren Blue RS	(1 106) 1 228 69 800	104	N, N' dihydro 1, 1', 2' anthraquinone-1-azine
	17	Patent Blue V	(712) 826 42 051	85	Calcium salt of the sulphonic acid of the anhydrid of m-hydroxy-tetraethyl diamine triphenyl carbinol
	18	Indigotin (Indigo Carmine)	(1 180) 1 309 73 015	105	Disodium salt of indigotine-5,5'-disulphonic acid
Green	19	Chlorophyll	(1 249a) 1 403 75 810	110	<i>Chlorophyll a</i> : magnesium complex of 1, 3, 5, 8 tetramethyl 4-ethyl 2-vinyl 9-keto 10-carbomethoxy 7-phytylpropionate phorbine <i>Chlorophyll b</i> : magnesium complex of 1, 5, 8 trimethyl 3-formyl 4-ethyl 2-vinyl 9-keto carbomethoxy 7-phytylpropionate phorbine
	20	Copper complexes of Chlorophylls and Chlorophyllins	— —	110	Copper-chlorophyll and copper-chlorophyllin complexes
Brown	21	Caramel	— —	—	Product obtained by heating saccharose or other sugars

Colour	EEC No	Classification Denomination	Schultz	C.I.	D.F.G. (1)	Chemical name or description
Black	22	Brilliant Black BN	—	28 440	58	Tetrasodium salt of [4'-(4-sulpho 1-phenylazo) 7'-sulpho 1'-naphthylazo] 1-hydroxy 8-acetylamino naphthalene 3.5 disulphonic acid
	23	Black 7 984	—	—	—	Tetrasodium salt of [4-(4-sulpho-1-phenyl-azo)-7'-sulpho-1-naphthylazo]-1-hydroxy 7-amino-naphthalene-3.5-disulphonic acid
	24	Carbo medicinalis vegetabilis	1 464	77 266 77 267	—	Vegetable carbon having the qualities of medicinal carbon
	25	<i>Carotenoids</i> :				
		a) alpha, beta, gamma carotene	—	—	—	All 'trans' forms
		b) bixin, norbixin (Rocou, Annatto)	—	—	—	The main colouring matter of the rocou extracts in oils is bixin, colouring matter from the carotenoid group. Bixin is the monomethylic ester of norbixin. Norbixin is a symmetric dicarboxylic acid. The main colouring matter of the rocou aqueous extracts is the alkaline salt of norbixin
		c) capsanthin capsorubine	—	—	—	Extracted from paprika
		d) lycopene				All 'trans' forms
	26	<i>Xanthophylls</i>	1 403	(1 249a) —	144	Xanthophylls are ketonic derivatives and /or hydroxylic of carotene
		a) Flavoxanthine				
		b) Lutein				
		c) Kryptoxanthin				
		d) Rubixanthin				
		e) Violoxanthin				
		f) Rhodoxanthin				
	27	Beetroot Red Betanin				Aqueous extract from the root of red beetroot

Colour	EEC Classification N°	Schultz Denomination	C.I.	D.F.G. (1)	Chemical name or description	
Various	28	<i>Anthocyan</i> s	1 394 1 400	—	112	Anthocyans are glycosides of 2-phenyl benzopyrylium salts; most are hydroxyl derivatives. The aglucones of anthocyans are called anthocyanidines. Anthocyans can be extracted from: strawberries, mulberries, cherries, plums, raspberries, blackberries, black currants, red cabbage, red onions, cranberries, bilberries, aubergines, grapes, elder
		a) Pelargonidin				
		b) Cyanidin				
		c) Peonidin				
		d) Delphinidin				
		e) Petunidin				
		f) Malvidin				

II. COLOURING MATTERS FOR SURFACE COLOURING ONLY.

29	Calcium Carbonate	1 405	(1 261) 77 220	—
30	Titanium dioxide	1 418	1 264) 77 891	—
31	Iron hydroxides and oxides	1 276 1 311 1 428 14 29 1 470	77 489 77 491 77 492 — 77 499	— — — — —
32	Aluminium	—	7 700	—
33	Silver	—	—	—
34	Gold	—	—	—

III. COLOURING MATTERS FOR CERTAIN USES ONLY.

35	Litholrubine BK (for the coloration of the outside of cheese)	194	(163) 15 850	Calcium salt (lake) of 1-(2'-sulpho-4'-methyl 1-phenylazo) 2-naphthol 3-carboxylic acid
----	--	-----	-----------------	---

(1) Key to abbreviations : Schultz, Farbstofftabellen, 7th Edition, Leipzig 1931.
C.I. — number given in brackets : Rowe Colour Index 1924; other numbers : Row Colour Index, Second Edition, Bradford, England, 1956.
D.F.G. — Toxikologische Daten von Farbstoffen und ihre Zulassung für Lebensmittel in verschiedenen Ländern, zusammengestellt im Auftrag der Kommission von Prof. Dr. G. Hecht, Wuppertal-Elberfeld, Mitteilung 6 der Farbstoff-Kommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft, 3rd Edition, Wiesbaden 1957.

APPENDIX II

CRITERIA OF PURITY

A. General criteria of purity

With the exceptions quoted in the individual criteria in Section B below, the colouring matters mentioned in the Appendix I must comply with the following specifications of purity, the quantities and percentages being calculated on the pure colouring matter.

1) *Mineral impurities* :

a) The colouring matter must contain not more than 5 p.p.m. of arsenic, 20 p.p.m. of lead ;

b) They must contain not more than 100 p.p.m. of the following products, taken individually : antimony, copper, chrome, zinc, barium sulphate ; or more than 200 p.p.m. of these products combined ;

c) They must contain no cadmium, no mercury, no selenium, no tellurium, no thallium, no chromates, no any soluble barium combinations, in detectable quantities.

2) *Organic impurities* :

a) They must contain no betanaphthylamine, no benzidine, no amino-4-diphenyl (or xenylamine) ;

b) They must contain no polycyclic aromatic hydrocarbons ;

c) Synthetic organic dyestuffs must contain not more than 0.01% free aromatic amines ;

d) Synthetic organic dyestuffs must contain not more than 0.5% of synthetic intermediates other than free aromatic amines ;

e) Synthetic organic dyestuffs must contain not more than 4% of auxiliary dyestuffs (isomers, homologues, etc.) ;

f) Sulphonated organic dyestuffs must contain not more than 0.2% of matters extractable by ethyl ether.

B. Specific criteria of purity

2. *Lactoflavine (Riboflavine)*

Lumiflavine : Prepare chloroform free from ethanol as follows : shake lightly but carefully, for 3 minutes, 20 ml chloroform with 20 ml water and allow to stand. Separate the layer of chloroform and repeat the operation twice with 20 ml each time. Finally, filter the chloroform on a dry filter paper, shake the filtrate well for 5 minutes with 5 g anhydrous sodium sulphate powder, allow to stand for two hours then decant or filter the clear chloroform. Shake for 5 minutes 20 mg riboflavine with 10 ml ethanol-free chloroform, then filter : the coloration of the filtrate should not be more intense than that of an equal volume of an aqueous solution obtained by making up to 1 000 ml, 3 ml of 0.1 N potassium bichromate.

3. *Tartrazine*

Matter insoluble in water : not more than 0.2%.

Auxiliary dyestuffs : not more than 1%.

4. *Chrysoine S*

Matter insoluble in water : not more than 0.2%.

5. *Quinoline Yellow*

Matter insoluble in water : not more than 0.2%.

6. *Fast Yellow*

Matter insoluble in water : not more than 0.2%.

Auxiliary dyestuffs : not more than 3%.

Unsulphonated aromatic amines and aniline : not more than 10 p.p.m.

a) Determination of amino-2-azobenzene and amino-4-azobenzene :

Dissolve 20.0 g of fast yellow in 400 ml water and add 5 ml N. sodium hydroxide. Shake in a separating flask with 4 successive 50 ml portions of chlorobenzene, each time for 5 minutes. Wash, with successive 400

ml portions of 0.1 N sodium hydroxide, the combined chlorobenzene extracts until the upper aqueous layer remains uncoloured. Filter the chlorobenzene solution on a folded thick filter paper and measure the absorption (E_1) on the spectrophotometer by comparison against that of chlorobenzene contained in cells of appropriate thickness (d_1), at 414 $m\mu$

$$\text{Calculation : Content of 2 and 4-aminoazobenzene (p.p.m.)} = \frac{E_1 \times 100}{0.397 \times d_1}$$

$$\text{Note : } E \begin{matrix} 1 \text{ mg/ml} \\ 1 \text{ cm} \end{matrix} \text{ at } 414 \text{ m}\mu \begin{cases} \text{for 2-aminoazobenzene} = 39.7 \\ \text{for 4-aminoazobenzene} = 35.2 \end{cases}$$

The 4-aminoazobenzene content can only be determined up to 90%. The following method can be used to separate the (2) and (4) components. Reduce 100 ml of the chlorobenzene extract to about 20 ml by heating on a water-bath in a stream of hot air. Pour the concentrated solution on a column of alumina (of appropriate dimensions). Use

chlorobenzene as eluant. The first 100 ml of chlorobenzene elutriate contain the 2-aminoazobenzene ; the para component is then eluted with chlorobenzene. Bring each of the two solutions to 100 ml. Measure the absorption of the ortho component at 414 $m\mu$ (E_2) and that of the para component at 376 $m\mu$ (E_3).

$$E \begin{matrix} 1 \text{ mg/ml} \\ 1 \text{ cm} \end{matrix} \quad 414 \text{ m}\mu \text{ for 2-aminoazobenzene} = 39.7$$

$$E \begin{matrix} 1 \text{ mg/ml} \\ 1 \text{ cm} \end{matrix} \quad 376 \text{ m}\mu \text{ for 4-aminoazobenzene} = 110$$

$$\text{Content of 2-aminoazobenzene (p.p.m.)} = \frac{E_2 \times 100}{0.397 \times d_2}$$

$$\text{Content of 4-aminoazobenzene (p.p.m.)} = \frac{E_3 \times 100}{1.10 \times d_3}$$

b) Determination of aniline : Shake 75 ml of the rest of the chlorobenzene extract with successive 50 ml portions of 0.5 N hydrochloric acid followed by two successive 25 ml portions of water. Neutralize the combined aqueous extracts with a 30% solution of sodium hydroxide, then acidify with 10 ml of 0.1 N hydrochloric acid. Dissolve in this solution 1-2 g potassium bromide. After cooling in ice-cold water, add about 20 drops of 0.1 N sodium nitrite and allow to stand for 10 min. Remove the excess of nitrite

by the addition of aminosulphonic acid. Pour the solution in about 5 ml of a 3% solution of R Salt (sodium salt of the 2-naphthol-3.6 sulphonic acid) to which 10 ml of 2 N sodium hydroxide solution have been added. Allow to stand for 15 min. Acidify the dyestuff solution in the presence of Congo Red ST (indicator) and filter. The aminoazobenzene dyestuff is retained. Bring the filtrate to 200 ml, then measure the absorption at 90 $m\mu$, call it E_4 .

Calculation :

$$\text{Content of aniline (p.p.m.)} = \frac{E_4 \times 266}{2.26 \times d_4}$$

$$\frac{E}{1 \text{ cm}} \frac{1 \text{ mg/ml}}{490 \text{ m}\mu} \text{ for aniline} = 226$$

7. *Orange Yellow S*

Matter insoluble in water : not more than 0.2%.

8. *Orange GGN*

Matter insoluble in water : not more than 0.2%.

9. *Cochineal and carminic acid*

Paper chromatography : with a solution of 2 g trisodium citrate in 100 ml of 5% ammonium hydroxide, the cochineal gives only one stain in the alkaline zone.

11. *Azorubine*

Matter insoluble in water : not more than 0.2%.

Auxiliary dyestuffs : not more than 1 %.

12. *Amarantb*

Matter insoluble in water : not more than 0.2%.

13. *Cochineal Red A*

Matter insoluble in water : not more than 0.2%.

14. *Scarlet GN*

Matter insoluble in water : not more than 0.2%.

15. *Ponceau 6R*

Matter insoluble in water : not more than 0.2%.

17. *Patent Blue V*

Matter insoluble in water : not more than 0.5%.

Chrome (as Cr) : not more than 20 p.p.m.

Auxiliary dyestuffs : not more than 1%.

18. *Indigotin*

Matter insoluble in water : not more than 0.2%.

Auxiliary dyestuffs : not more than 1%.

Isatin sulphonic acid : not more than 1%.

19. *Chlorophylls*

Copper : not more than 200 p.p.m.

20. *Copper complexes of Chlorophylls and Chlorophyllins*

A solution of 1% copper-chlorophyll complex in turpentine must not show haziness or give a deposit.

Copper (free ionizable copper) : not more than 200 p.p.m.

22. *Brilliant Black BN*

Matter insoluble in water : not more than 0.2%.

Auxiliary dyestuffs : not more than 15%.
(The presence of auxiliary dyestuffs among which the diacetylated component has been identified is essential to obtain the correct shade.)

Intermediates : not more than 1%.

23. *Black 7 984*

Matter insoluble in water : not more than 0.2%.

Lead : not more than 10 p.p.m.

Arsenic : not more than 2 p.p.m.

24. *Carbo medicinalis vegetabilis*

Higher aromatic hydrocarbons : extract 1 g carbon black with 10 g of pure cyclohexane for two hours. The extract must show no coloration ; in ultra-violet light, it must give practically no fluorescence ; it must leave no residue after evaporation.

Tar products : boil 2 g of carbon black in 20 ml N sodium hydroxide, then filter. The filtrate must be uncoloured.

25 a. *Alpha, Beta, Gamma Carotene*

Chromatography : by absorption on alumina or silica gel, the pure Beta-Carotene gives only one band.

25 b. *Bixin and Norbixin (Rocou, Annato)* Chromatography :

a) Annato : dissolve in benzene an appropriate quantity of Annato or dilute a solution of Annato in benzene sufficiently to obtain the same colour as that of a 0.1% solution of potassium bichromate. Pour 3 ml of the solution on the top of the alumina column ; elute slowly. Wash the column three times with benzene. Bixin is strongly absorbed on the surface of the alumina and forms a brilliant orange red band (different with crocetine).

A very pale yellow band migrates in general very quickly through the column, even with pure crystallized bixin. Bixin does not elute with benzene, petroleum ether, chloroform, acetone, ethanol, or methanol. However, with ethanol and methanol the shade turns from orange to yellowish orange.

Carr-Price Reaction : remove the benzene from the column by washing three times with chloroform previously dehydrated with potassium carbonate. After elution of the last chloroform wash, add on the top of the column 5 ml of Carr-Price reagent. The bixin band turns immediately to green-blue (different from crocetine).

b) Bixin : dissolve 1 to 2 g of crystallized bixin in 20 ml chloroform. Add 5 ml of this solution at the top of the prepared column. Rinse the solution with chloroform previously dehydrated with sodium carbonate and continue as for (a) Carr-Price Reaction.

c) Alkaline solutions of Norbixin : in a 50 ml separating flask place 2 ml of an aqueous solution of Annato. Add an appropriate quantity of 2 N sulphuric acid to obtain a strongly acid reaction. Norbixin

separates out as a red precipitate. Add 50 ml Benzene and shake vigorously. After separation, discard the aqueous layer and wash the benzenic solution with 100 ml water until free of acid. Centrifuge the solution (usually emulsified) of Norbixin in Benzene during 10 minutes at 2 500 revs/min. Separate the clear solution of Norbixin and dehydrate with anhydrous sodium sulphate. Pour 3 to 5 ml of this solution at the top of the alumine column. Norbixine forms, as does bixin, an orange-red band on the surface of the alumina. Treated with the eluants mentioned in (a), norbixin behaves similarly to bixin and gives also the Carr-Price reaction.

27. *Beetroot Red and Betanine*

Paper chromatography : with butanol saturated with 2 N hydrochloric acid as solvent (ascending chromatography), betanine gives a sole red stain with brownish trail and low migration.

30. *Titanium dioxide*

Matters soluble in hydrochloric acid : prepare a suspension of 5 g Titanium dioxide in 100 ml 0.5 N hydrochloric acid and heat 30 mn on the water-bath with occasional stirring. Filter on Gooch crucible the bottom of which has been covered with three layers- the first of rough asbestos fibres, the second of pulped filter paper, the third of fine asbestos. Wash with 3 successive 10 ml portions of 0.5 N hydrochloric acid. Evaporate the filtrate to dryness in a platinum capsule, then heat to dark red until constant weight. The weight of the residue must not exceed 0.0175 g.

Antimony : not more than 100 p.p.m.

Zinc : not more than 50 p.p.m.

Soluble Barium Salts : not more than 5 p.p.m.

31. *Iron hydroxides and oxides*

Selenium : not more than 1 p.p.m.

Mercury : not more than 1 p.p.m.

COMMUNAUTE ECONOMIQUE EUROPEENNE

COMMISSION

VI/III/IV/COM(61)124 final

Bruxelles, le 26 juillet 1961

C o n f i d e n t i e l

PROPOSITION DE DIRECTIVE DU CONSEIL RELATIVE AU
RAPPROCHEMENT DES REGLEMENTATIONS DES ETATS MEMBRES CONCERNANT
LES MATIERES COLORANTES POUVANT ETRE EMPLOYEES DANS LES DENREES
DESTINEES A L'ALIMENTATION HUMAINE

(Proposition de la Commission au Conseil)

VI/III/IV/COM(61)124 final

PROPOSITION DE DIRECTIVE DU CONSEIL RELATIVE AU
RAPPROCHEMENT DES REGLEMENTATIONS DES ETATS MEMBRES CONCERNANT LES
MATIERES COLORANTES POUVANT ETRE EMPLOYEES DANS LES DENREES DESTINEES
A L'ALIMENTATION HUMAINE

1. La proposition de directive présentée à la Commission tend à réaliser une première étape de l'harmonisation des législations des Etats membres relatives aux colorants dont l'emploi est autorisé dans les denrées alimentaires.

Elle a été élaborée au sein du sous-groupe "Additifs" institué par le Groupe de Travail créé en vue de l'harmonisation de la législation des denrées alimentaires. Ce sous-groupe réunissait les experts des Etats membres responsables de la législation relative aux Additifs dans les denrées alimentaires ; il a été assisté dans ses travaux par une Commission Scientifique, composée de quatre membres éminents, ayant des responsabilités dans les Conseils Supérieurs de l'Hygiène ou organismes équivalents des Etats membres.

Le sous-groupe ainsi que le Groupe de Travail "Législation des Denrées Alimentaires" ont adopté à l'unanimité le projet de directive, sous réserve de modifications de forme, et sauf certains points de désaccord à l'article 2.

Ce projet a fait enfin l'objet d'un avis de la part de la Commission des Industries Agricoles et Alimentaires de l'Union des Industries de la Communauté Economique Européenne (UNICE) et du Secrétariat International des Groupements Professionnels des Industries Chimiques des Pays de la CEE.

2. La directive ne réalise qu'une première étape dans l'harmonisation des réglementations. En effet, elle tend à harmoniser les diverses listes de colorants dont l'emploi est autorisé dans les denrées alimentaires dans les Etats membres. Mais il est encore nécessaire de définir les conditions dans lesquelles les colorants peuvent être employés, notamment les denrées alimentaires que l'on peut colorer au moyen de l'un ou plusieurs ou de tous les colorants repris sur la liste. Au stade actuel des discussions

avec les experts, il a été impossible de parvenir à une unification sur ce point (Art. 5). Cette harmonisation est en effet très liée à celle des dispositions concernant chaque produit, et devra donc faire l'objet d'une seconde étape de travaux.

3. Dans les six Etats membres existent des listes de colorants dont l'emploi pour la coloration des denrées alimentaires est autorisé. Ces listes de colorants figurent dans les textes suivants qui, à la suite de l'adoption de la directive par le Conseil, devront être modifiés :

1. Belgique : Arrêté Royal du 27 octobre 1959 relatif aux colorants pour denrées alimentaires, paru au Moniteur Belge du 3 décembre 1959, mis en vigueur par Arrêté Ministériel du 25 août 1960 paru au Moniteur Belge n° 223 du 16 septembre 1960.
2. Allemagne : Verordnung über die Zulassung färbender fremder Stoffe (Farbstoff-VO) vom 19. Dezember 1959, Bundesgesetzblatt Jahrgang 1959 - Teil I - Nr. 52 - Seite 756.
Verordnung über die Zulassung fremder Stoffe als Zusatz zu Lebensmitteln (Allgemeine Fremdstoff-Verordnung) vom 19. Dezember 1959 (Gold und Silber) - Bundesgesetzblatt, Jahrgang 1959 - Seite 742.
3. France : Arrêté du 25 mars 1958 modifiant l'arrêté du 28 juin 1912 relatif à la coloration des denrées alimentaires - Journal Officiel n° 83, 7-8 et 9 avril 1958, page 3426.
4. Italie : Decreto dell'Alto Commissariato per l'Igiene e la Sanità Publica, 23 dicembre 1957 (Gazzetta Ufficiale 9.1.1958 n° 6).
5. Luxembourg : Arrêté Grand-Ducal du 25 août 1959, relatif aux colorants pour denrées alimentaires, paru au Mémorial n° 44 du 29 septembre 1959, pages 1095-1100.
6. Pays-Bas : Koninklijk Besluit van 4 augustus 1958 (Staatsblad 407, bladzijde 807) gewijzigd 9 oktober 1959, Staatsblad 362, en 20 december 1960, Staatsblad 610.

De l'examen de ces textes, il ressort qu'aucune disposition législative au sens de l'article 100 ne devrait être modifiée, que le § 2 de l'article 100 n'est donc pas applicable et que, en conséquence, la consultation du Comité Economique et Social et de l'Assemblée n'est pas nécessaire du point de vue juridique.

4. Les principes qui ont guidé les experts des Etats membres et les Services de la Commission dans l'élaboration de la liste commune ont été :

a) le souci de la protection de la Santé Publique.

Tous les colorants admis l'ont été en fonction de leur innocuité. Lorsqu'un colorant était jusqu'alors interdit dans l'un ou l'autre des Etats membres, son admission sur la liste commune n'a été retenue que si des données toxicologiques modernes et sûres garantissaient son innocuité. Dans certains cas, une longue tradition d'emploi sans inconvénients pour la Santé Publique dans les six Etats membres a justifié le maintien sur la liste commune de certains colorants pour lesquels des données toxicologiques modernes n'existaient pas. Dans un certain nombre de ces cas, l'emploi a été limité à la coloration en surface des aliments.

b) les nécessités de l'utilisation sur le plan économique.

Ces nécessités ont amené certains experts à accepter l'admission sur la liste commune de certains colorants, interdits jusqu'à présent par leurs législations, mais importants pour l'économie d'un ou de plusieurs Etats membres, du moment que l'innocuité de ce colorant était établie.

Par contre, dans le souci de ne pas trop allonger la liste des colorants, certains experts ont pu renoncer à l'autorisation de colorants dont l'utilisation sur le plan économique n'avait pas une importance essentielle.

5. Pour certains colorants énumérés à l'article 2, l'unanimité de tous les experts n'a pu se faire, les uns s'opposant à l'admission de colorants sans données scientifiques suffisantes ou proposant un emploi restreint de ceux-ci, cependant que les autres ne pouvaient pour le moment ni fournir ces données scientifiques, qui n'existent pas encore, ni renoncer sur le plan économique à l'emploi de ces colorants. Aussi a-t-il été nécessaire de prévoir un délai de trois ans pendant lequel les législations des Etats membres sur ce point pourraient rester en l'état, soit qu'elles interdisent, soit qu'elles autorisent, le Conseil à l'expiration de cette période décidant au sujet de l'autorisation de ces colorants, sur proposition de la Commission. Durant ce laps de temps, les Etats membres désireux que ces colorants soient repris sur la liste

commune disposeront d'un délai suffisant pour faire effectuer les recherches scientifiques nécessaires, s'ils l'estiment utile. Sauf décision du Conseil, ces colorants seraient interdits à l'expiration de ce délai. A propos d'un colorant repris à cet article 2, l'érythrosine, il est à noter que la Commission Scientifique avait émis à l'unanimité une recommandation formulée comme suit : "Tant que des expériences toxicologiques ayant spécifiquement pour but l'étude de l'influence de ce colorant iodé sur l'activité thyroïdienne, particulièrement pendant la période de croissance, n'auront pas été faites, et conduit à des résultats permettant d'exclure cette éventualité, la Commission Scientifique recommande de limiter l'usage de ce colorant de telle sorte que son absorption par les enfants soit réduite au minimum". Le sous-groupe "Additifs" avait d'abord tenté de rechercher une solution en ce sens en limitant l'emploi de ce colorant à la coloration des fruits entiers ou en quartiers. Certains experts n'ont, en définitive, pas été en mesure de se rallier à ce compromis ; ils ont mis en avant les nécessités économiques, notamment la facilité d'emploi de ce colorant dans les sucreries, et les quantités minimes employées. Le sous-groupe est parvenu au compromis consistant à reporter la solution de la question dans 3 ans, des études toxicologiques dans le sens indiqué par la Commission Scientifique ayant pu être menées d'ici là, et donc à ne pas admettre ce colorant dans la liste de l'Annexe I, mais dans celle prévue à l'article 2.

L'unanimité des experts n'a pu se faire au sujet de la liste de l'article 2. Il a paru nécessaire à la Commission de s'inspirer du souci manifesté par tous les experts de restreindre dans la mesure du possible la liste prévue à cet article de manière à éviter que l'harmonisation réalisée par l'article premier ne perde de son efficacité.

6. L'utilisation de certaines matières qui ont à la fois un caractère d'aromates et de colorants n'a pas été réglée sur le plan communautaire, étant donné le caractère colorant accessoire de ces produits et la limitation d'emploi provenant de leurs qualités aromatique ou sapide. Les dispositions des réglementations nationales restent donc en vigueur en la matière (Art. 3). Toutefois, si des principes colorants actifs sont extraits de ces matières et ne sont pas repris dans la liste commune, comme la Crocétine, leur emploi est interdit.

Par ailleurs, il a paru inutile de préciser que la présente directive ne visait pas l'emploi des denrées alimentaires qui possèdent une couleur naturelle, et qui sont utilisées dans la fabrication de certains produits alimentaires, comme par exemple les jus de fruits ou de légumes, ni l'emploi des conservateurs dans la charcuterie qui entraînent un changement de couleur du produit, comme les sels de saumure, et dont l'utilisation devra être réglée lors de l'harmonisation des législations relatives aux conservateurs.

7. La liste harmonisée ne comprend pas les colorants pouvant être employés (Article 4) :

- a. pour la coloration des coquilles d'oeufs durs. Il s'agit là d'un problème secondaire, la coloration des oeufs de Pâques pour lequel il n'a pas paru opportun de prévoir de dispositions à ce stade.
- b. pour la coloration du tabac et des tabacs fabriqués. Cette question devra être réglée plus tard, le tabac n'étant pas à proprement parler une denrée alimentaire.
- c. pour l'estampillage des viandes, des agrumes, des coquilles d'oeufs, des croûtes de fromage et des autres parties extérieures non consommées usuellement des denrées alimentaires. Les colorants employés pour l'estampillage devront donc être unifiés ultérieurement.

8. Les dispositions prévues dans la présente directive pour la coloration des denrées alimentaires ont été étendues au chewing-gum (article 10) qui n'est pas une denrée alimentaire au sens de la législation de plusieurs Etats membres.

9. Etant donné la différence des critères de pureté existants dans les différents pays, il a été nécessaire de compléter la liste des matières colorantes par la fixation de critères de pureté communs, généraux et spécifiques ; pour l'établissement des critères de pureté spécifiques, les travaux de la FAO/OMS ont été utilisés comme base par les membres de la Commission Scientifique ; le rapport de la Commission Scientifique a été accepté par les experts nationaux (Article 8).

La définition de ces critères de pureté généraux et spécifiques doit pouvoir s'adapter aisément à l'évolution de la recherche scientifique comme des procédés de fabrication industriels. Par ailleurs, si les experts des

Etats membres et les membres de la Commission Scientifique pensent que ces critères de pureté doivent être rendus obligatoires dès maintenant, ils estiment qu'il faut pouvoir les réviser selon une procédure rapide, en fonction des données résultant des examens qui seront faits dans les laboratoires des Etats membres au cours des premières années d'application. Il est donc proposé au Conseil de donner délégation à la Commission en ce qui concerne la révision de ces critères, celle-ci décidant après consultation des Etats membres.

Par ailleurs, le contrôle des critères de pureté exige l'emploi de méthodes d'analyse dont la diversité pourrait conduire dans certains cas à des divergences d'application dans les Etats membres. Il est proposé, pour les mêmes raisons que celles indiquées pour la révision des critères de pureté, de donner à la Commission le pouvoir de fixer ces méthodes d'analyse pour autant que nécessaire, après consultation des Etats membres.

10. Enfin, pour les mêmes raisons de différences entre les matières qu'il est possible d'utiliser pour étendre ou dissoudre des colorants, il a été nécessaire d'établir une liste des produits autorisés (Article 6), soumis aux mêmes critères de pureté généraux que les colorants (Article 7).

11. Afin de permettre et de faciliter le contrôle, notamment en ce qui concerne le respect des critères de pureté fixés pour les colorants destinés à l'usage alimentaire et mis dans le commerce, l'obligation a été prévue de certaines mentions sur l'emballage des produits, en particulier de la mention : Colorant pour denrées alimentaires (Article 9). Etant donné que ces inscriptions s'adressent principalement aux services de contrôle, il a paru suffisant à tous les experts, pour qu'un produit puisse circuler librement, que l'inscription soit rédigée dans deux langues de la Communauté, l'une d'origine latine et l'autre d'origine germanique.

12. Le délai dans lequel ces dispositions devront être adoptées par les Etats membres a été fixé à 12 mois ; celui dans lequel elles devront être appliquées effectivement aux denrées destinées à l'alimentation livrées au commerce à 24 mois, étant donné les nécessités d'écoulement de certains stocks qui peuvent exister (Article 11).

7

PROPOSITION DE DIRECTIVE DU CONSEIL
RELATIVE AU RAPPROCHEMENT DES REGLEMENTATIONS DES ETATS MEMBRES
CONCERNANT LES MATIERES COLORANTES POUVANT ETRE EMPLOYEES
DANS LES DENREES DESTINEES A L'ALIMENTATION HUMAINE

LE CONSEIL DE LA COMMUNAUTE ECONOMIQUE EUROPEENNE,

VU les dispositions du Traité instituant la Communauté Economique Européenne,
et notamment celles de l'article 100,

VU la proposition de la Commission,

CONSIDERANT que dans le domaine des matières colorantes qui peuvent être employées dans les denrées destinées à l'alimentation humaine, toute réglementation doit en premier lieu tenir compte des nécessités de la protection de la santé publique,

CONSIDERANT toutefois que les différences dans les réglementations nationales concernant ces matières empêchent la libre circulation des denrées destinées à l'alimentation humaine, peuvent créer des conditions de concurrence inégales et ont de ce fait des incidences directes sur l'établissement ou le fonctionnement du Marché Commun,

CONSIDERANT que le rapprochement de ces réglementations est nécessaire en vue de la libre circulation des denrées alimentaires,

CONSIDERANT que l'harmonisation des réglementations en la matière suppose en une première étape l'établissement d'une liste unique des colorants dont l'emploi en vue de la coloration des denrées alimentaires est autorisé, ainsi que la fixation de critères de pureté auxquels doivent répondre ces colorants, l'harmonisation des conditions dans lesquelles peuvent être colorées les denrées alimentaires devant faire l'objet de décisions du Conseil au cours d'une seconde étape ;

CONSIDERANT que, pour tenir compte des nécessités économiques dans certains Etats membres, il convient de prévoir un délai durant lequel les Etats membres peuvent maintenir pour certains colorants les autorisations ou interdictions existantes, délai à l'issue duquel le Conseil pourra statuer sur l'autorisation éventuelle de ces colorants en fonction du résultat des recherches scientifiques qui auraient été effectuées,

A ARRETE LA PRESENTE DIRECTIVE

ARTICLE 1

1. Sauf dispositions contraires des articles 2, 3 et 4, les Etats membres ne peuvent autoriser pour la coloration des denrées alimentaires que les matières colorantes énumérées à l'Annexe I de la présente directive, ainsi que leur combinaison avec l'aluminium, le calcium, le potassium et le sodium.
2. L'emploi des matières susvisées pour la coloration des denrées alimentaires ne peut faire l'objet d'une interdiction générale.

ARTICLE 2

1. Pendant une durée de trois années à compter de la notification de la présente directive, les Etats membres peuvent maintenir les dispositions des réglementations nationales existantes concernant les matières colorantes suivantes :

- Extraits de graines de Perse, Rhannétine, Rhannasine
- Orcanette, Alcannine
- Caranoline végétale
- Erythrosine
- Vert acide brillant BS (vert lissamine)
- Bleu d'outre-mer, en tant qu'il est utilisé pour l'azurage des sucres

2. Le Conseil, sur proposition de la Commission, pourra statuer conformément aux dispositions de l'article 100 du Traité, sur l'autorisation de ces matières colorantes avant l'expiration du terme prévu au paragraphe précédent. A défaut, ce terme constitue le point de départ des délais prévus à l'article 12.

ARTICLE 3

Ne sont pas affectées par la présente directive les dispositions des réglementations nationales concernant les matières naturelles entrant dans la fabrication de certaines denrées alimentaires parce qu'elles ont des propriétés aromatiques ou sapides, tout en ayant un effet colorant secondaire, notamment le Pappika, le Curcuma, le Safran et le Bois de Santal.

ARTICLE 4

Ne sont pas affectées par la présente directive les dispositions des réglementations nationales concernant les matières colorantes autorisées :

- a) pour la coloration des coquilles d'oeufs durs, du tabac et des tabacs fabriqués,
- b) pour l'estampillage des viandes, des agrumes, des croûtes de fromage, des coquilles d'oeufs et des autres parties extérieures usuellement non consommées des denrées alimentaires.

ARTICLE 5

Ne sont pas affectées par la présente directive les dispositions des réglementations nationales déterminant les denrées alimentaires susceptibles d'être colorées au moyen des matières visées à l'article 1 et les conditions de ce traitement.

ARTICLE 6

Les Etats membres n'autorisent pour étendre ou dissoudre les matières / colorantes visées à l'article 1 que les seuls produits suivants :

- Carbonate et carbonate acide de sodium
- Chlorure de sodium
- Sulfate de sodium
- Glucoses
- Lactose
- Saccharose
- Dextrines
- Anidons
- Ethanol
- Glycérol
- Sorbitol
- Huiles et graisses comestibles
- Cire d'abeilles
- Eau

ARTICLE 7

En dérogation aux articles 5 et 6, les Etats membres n'autorisent l'emploi de la Litholrubine BK, même mélangée à la paraffine solide ou à d'autres matières inoffensives, que pour la coloration des croûtes de fromage.

ARTICLE 8

Les Etats membres prennent toutes dispositions utiles pour que - les matières visées à l'article 1 et utilisées pour colorer des denrées alimentaires répondent aux critères de pureté généraux et spécifiques fixés à l'annexe II de la présente directive ;

- les produits énumérés à l'article 6 et utilisés pour / étendre ou dissoudre les matières colorantes visées à l'article 1 répondent aux critères de pureté généraux fixés à l'Annexe II de la présente directive, section A, paragraphe 1 et paragraphe 2, alinéa b.

ARTICLE 9

1. Les Etats membres prennent toutes dispositions utiles pour que les matières visées à l'article 1 ne puissent être livrées au commerce que si leurs emballages ou récipients portent:

- a) le nom et l'adresse du fabricant ou du vendeur établi à l'intérieur de la Communauté Economique Européenne ;
- b) la dénomination et le numéro de la ou des matières colorantes selon la classification de la Communauté Economique Européenne , ou de leurs combinaisons, le numéro à indiquer étant, en ce cas, celui de la ou des matières colorantes entrant dans la combinaison. —
- c) la mention "colorant pour denrées alimentaires".

2. Les Etats membres ne peuvent refuser l'importation des matières visées à l'article premier si les inscriptions prescrites au paragraphe précédent sont rédigées dans deux langues officielles de la Communauté Economique Européenne l'une d'origine germanique et l'autre d'origine Latine.

ARTICLE 10

En ce qui concerne sa coloration éventuelle, le chewing-gum est soumis aux dispositions de la présente directive.

ARTICLE 11

Après consultation des Etats membres, la Commission détermine les méthodes d'analyse nécessaires en vue du contrôle des critères de pureté fixés à l'Annexe II de la présente directive ; elle peut modifier ces critères de pureté après consultation des Etats membres.

ARTICLE 12

Dans le délai d'un an à compter de la notification de la présente directive, les Etats membres modifient leur réglementation conformément aux dispositions précédentes. La nouvelle réglementation est appliquée aux produits livrés au commerce dans les Etats membres au plus tard deux ans après cette notification.

ARTICLE 13

La présente directive ne s'applique pas aux dispositions des réglementations nationales concernant les produits destinés à l'exportation en dehors de la Communauté Economique Européenne.

ARTICLE 14

La présente directive est destinée à tous les Etats membres.

FAIT A..... LE

Par le Conseil,

ANNEXE I

I. MATIERES COLORANTES POUR LA COLORATION DANS LA MASSE ET EN SURFACE.

<u>Couleur</u>	<u>Classification CEE</u> <u>n°</u>	<u>Dénomination</u>	<u>Schultz</u>	<u>C.I.</u>	<u>D.F.G.</u> (1)	<u>Dénomination chimique</u> <u>ou description</u>
Jaune	1	Curcumine	1374	(1238) 75300	139	Di(hydroxy-4 méthoxy-3 phényl)-1,7 heptadiène-1,6 dione-3,5
	2	Lactoflavine (Riboflavine)	-	-	111	Diméthyl-6,7 (D'-1'-ribityl)-9 isocalloxazine ; Diméthyl-7,8 (2,3,4,5-tétrahydroxypentyl)-10 isocalloxazine
	3	Tartrazine	737	(640) 19140	64	Sel trisodique de l'acide (sulfo-4' phénylazo-1')-4 [(sulfo-4'phényl)-1 hydroxy-5 pyrazole-carboxylique-3]
	4	Chrysoïne S	186	(148) 14270	26	Sel sodique du p-sulfobenzène azo résorcinol ou acide dihydroxy-2,4 azobenzène sulfonique-4'
	5	Jaune de Quinoléine	918	(801) 47005	97	Sel disodique de l'acide (quinolyl-2)-2 indandione-1,3 disulfonique
	6	Jaune solide	172	(16) 13015	23	Sel disodique de l'acide (sulfo-4' phénylazo-1')-1 amino-4 benzène-sulfonique-5
Orange	7	Jaune orangé S	-	15985	29	Sel disodique de l'acide (sulfo-4' phénylazo-1')-1 naphtol-2 sulfonique-6
	8	Orange GGN	-	15980	32	Sel disodique de l'acide (sulfo-3' phénylazo-1')-1 naphtol-2 sulfonique-6
Rouge	9	Cochénille, acide carminique	1381	(1239) 75470	107	Sels alcalins de l'acide carminique
	10	Orseille, oroséine	1386	(1242) -	141	Matière colorante extraite de tournesol
	11	Azorubine	208	(179) 14720	38	Sel disodique de l'acide (sulfo-4' naphtylazo-1')-2 naphtol-1 sulfonique-4
	12	Amarante	212	(184) 16185	40	Sel trisodique de l'acide (sulfo-4' naphtylazo-1')-1 naphtol-2 disulfonique-3,6

<u>Couleur</u>	<u>Classification CEE</u> <u>n°</u>	<u>Dénomination</u>	<u>Schultz</u>	<u>C.I.</u>	<u>D.F.G.</u> (1)	<u>Dénomination chimique</u> <u>ou description</u>
Rouge	13	Rouge cochenille A	213	(185) 16255	41	Sel trisodique de l'acide (sulfo-4' naphthylazo-1')-1 hydroxy-2 naphthalene disulfonique-6,8
	14	Ecarlate GN	-	14815	34	Sel disodique de l'acide (sulfo-6' m -xylylazo-1')-2 naphthol-1 sulfonique-5
	15	Ponceau 6 R	215	(186) 16290	42	Sel tétrasodique de l'acide (sulfo-4' naphthylazo-1')-1 naphthol-2 trisulfonique-3,6,
Bleu	16	Bleu d'Indanthrène RS	1228	(1106) 69800	104	Dihydro N, N' anthraquinone-azine-1, 1, 1', 2'
	17	Bleu Patenté V	826	(712) 42051	85	Sel calcique de l'acide disulfonique de l'anhydride du m-hydroxy-tétraéthyl diamino triphényl carbinol
	18	Indigotine (Carmin d'indigo)	1309	(1180) 73015	105	Sel disodique de l'acide indigotine-disulfonique-5,5'
Vert	19	Chlorophylles	1403	(1249 a) 75810	110	<u>Chlorophylle a</u> : complexe magnésien de la tétraméthyl-1,3,5,8 éthyl-4 vinyl-2 céto-9 carbométhoxy-10 phytyl propionate-7 phorbine <u>Chlorophylle b</u> : complexe magnésien de la triméthyl-1,5,8 formyl-3 éthyl-4 vinyl-2 céto-9 carbométhoxy-10 phytyl propionate-7 phorbine
	20	Complexes cuivriques des chlorophylles et des chlorophyllines	-	-	110	Complexe cuivre-chlorophylle et complexe cuivre-chlorophylline
Brun	21	Caramel	-	-	-	Produit obtenu par chauffage du saccharose ou d'autres sucres
Noir	22	Noir Brillant BN	-	28440	58	Sel tétrasodique de l'acide [(sulfo-4 phenylazo-1)-4' sulfo-7' naphthylazo-1']-1 hydroxy-1 acetylamino-8 naphthalene disulfonique-3,5

<u>Couleur</u>	<u>Classification CEE</u> n ^a <u>Dénomination</u>	<u>Schultz</u>	<u>C.I.</u>	<u>D.F.G.</u> (1)	<u>Dénomination chimique</u> <u>ou description</u>
Noir	23 Noir 7984	-	-	-	Sel tetrajodique de l'acide (4-(4 sulfo-1-phenyl-azo)-7' sulfo-1-naphtylazo)-1-hydroxy 7-amino-naphtalène-3,6 di-sulfonique
	24 Carbo medicinalis vegetabilis	1464	77266 77267	-	Charbon végétal ayant les qualités du charbon médicinal
Nuances diverses	25 <u>Caroténoïdes</u> :				
	a) alpha, beta, gamma Carotène	-	-	-	Toutes les formes trans
	b) Bixine, Norbixine (Rocou, Annatto)	-	-	-	Le principal colorant des extraits de rocou dans l'huile est la bixine, colorant du groupe des caroténoïdes. La bixine est l'ester monométhylrique de la norbixine. La norbixine est un acide carboxylique symétrique. Le principal colorant des extraits aqueux de rocou est le sel alcalin de la norbixine.
	c) Capsantéine Capsorubine	-	-	-	Extrait du paprika
	d) Lykopène	-	-	-	Toutes les formes trans
	26 <u>Xanthophylles</u> :	1403	(1249 a) -	144	Les xanthophylles sont des dérivés cétoniques et/ou hydroxyliques du carotène
	a) Flavoxanthine				
	b) Lutéine				
	c) Kryptoxanthine				
	d) Rubixanthine				
	e) Violoxanthine				
	f) Rhodoxanthine				
	27 Rouge de betterave Bétanine				Extrait aqueux de la racine de betterave rouge
Divers	28 <u>Anthocyanes</u> :	1394 1400	-	112	Les anthocyanes sont des glycosides de sels de phényl-2 benzopyrylium ; la plupart sont des dérivés hydroxylés. Les aglucones des anthocyanes sont appelés anthocyanidines. Les anthocyanes peuvent être extraits : des fraises, des mûres, des cerises, des pruneaux, des framboises, des mûres sauvages, des cassis, des groseilles, des choux rouges, des oignons rouges, des canneberges, des myrtilles, des aubergines, des raisins et des sureaux.
	a) Pélargonidine				
	b) Cyanidine				
	c) Péonidine				
	d) Delphinidine				
	e) Pétunidine				
	f) Malvidine				

II. MATIERES COLORANTES POUR LA COLORATION EN SURFACE SEULEMENT.

<u>Classification CEE</u> <u>n°</u>	<u>Dénomination</u>	<u>Schultz</u>	<u>C.I.</u>	<u>D.F.G. (1)</u>	<u>Dénomination chimique</u> <u>ou description</u>
29	Carbonate de Calcium	1405	(1261) 77220	-	
30	Bioxyde de Titane	1418	(1264) 77891	-	
31	Hydroxydes et oxydes de fer	11276 11311 1428 1429 1470	77489 77491 77492 77492 77499	- - - - -	
32	Aluminium	-	7700	-	
33	Argent	-	-	-	
34	Or	-	-	-	

III. MATIERES COLORANTES POUR CERTAINS USAGES SEULEMENT.

35	Litholrubine BK (pour la coloration des croûtes de fromage)	194	(163) 15850	147	Sel de calcium (laque) de l'acide (sulfo-2'-méthyl-4' phenylazo-1)-1-naphtol 2-carboxylique-3
----	--	-----	----------------	-----	---

(1) Les abréviations signifient :

Schultz = G. Schultz, Forbstofftabellen, 7. Auflage, Leipzig 1931

C.I. = nombre entre parenthèses : Rowe Colour Index 1924

autre nombre : Rowe Colour Index, Second Edition, Bradford, England, 1956

D.F.G. = Toxikologische Daten von Farbstoffen und ihre Zulassung für Lebensmittel in verschiedenen Ländern, zusammengestellt im Auftrag der Kommission von Prof. Dr. G. Hecht, Wuppertal-Elberfeld, Mitteilung 6 der Farbstoff-Kommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft, 2. Auflage, Wiesbaden 1957.

ANNEXE IICRITERES DE PURETEA. CRITERES DE PURETE GENERAUX.

Sauf dérogation prévue dans les critères spécifiques à la section B ci-dessous, les matières colorantes reprises à l'annexe I doivent répondre aux critères de pureté suivants, les quantités et pourcentages étant calculés sur le colorant pur.

1) Impuretés minérales :

- a. Elles ne doivent pas contenir plus de 5 mg/kg d'arsenic, plus de 20 mg/kg de plomb,
- b. Elles ne doivent pas contenir plus de 100 mg/kg des produits suivants, pris isolément : Antimoine, Cuivre, Chrome, Zinc, Sulfate de Baryum ; ou plus de 200 mg/kg de l'ensemble de ces produits,
- cc. Elles ne doivent contenir ni Cadmium, ni Mercure, ni Sélénium, ni Tellure, ni Thallium, ni Uranium, ni Chromates, ni combinaisons solubles du Baryum en quantités détectables.

2) Impuretés organiques :

- a. Elles ne doivent contenir ni Betanaphtylamine, ni Benzidine, ni amino-4-diphényle (ou xénylamine),
- b. Elles ne doivent pas contenir d'hydrocarbures aromatiques polycycliques,
- c. Les matières colorantes organiques de synthèse ne doivent pas contenir plus de 0,01 % d'amines aromatiques libres,
- d. Les matières colorantes organiques de synthèse ne doivent pas contenir plus de 0,5 % de produits intermédiaires de synthèse autres que les amines aromatiques libres,
- ee. Les matières colorantes organiques de synthèse ne doivent pas contenir plus de 4 % de colorants accessoires (isomères, homologues, etc.)
- f. Les matières colorantes organiques sulfonées ne doivent pas contenir plus de 0,2 % de substances extractibles par l'éther éthylique.

B. CRITERES DE PURETE SPECIFIQUES.2. Lactoflavine (Riboflavine).

Lumiflavine : Préparer comme suit du chloroforme dépourvu d'éthanol : agiter doucement mais soigneusement pendant 3 minutes 20 ml de chloroforme avec 20 ml d'eau et bien laisser reposer. Soutirer la couche chloroformique et recommencer l'opération deux fois avec 20 ml chaque fois. Finalement, filtrer le chloroforme sur un papier filtre sec, bien agiter le filtrat pendant 5 minutes avec 5 g de sulfate de sodium anhydre en poudre, laisser reposer le mélange pendant deux heures puis

décanter ou filtrer le chloroforme limpide. Agiter pendant 5 minutes, 25 mg de riboflavine avec 10 ml de chloroforme exempt d'éthanol, puis filtrer : la coloration du filtrat ne doit pas être plus intense que celle d'un volume égal d'une solution aqueuse obtenue en étendant à 1000 ml, 3 ml de bichromate de potassium 0,1 N.

3. Tartrazine.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,2 %.

Colorants accessoires : pas plus de 1 %.

4. Chrysoïne S.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,2 %.

5. Jaune de Quinoléine.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,2 %.

6. Jaune solide.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,2 %.

Colorants accessoires : pas plus de 3 %.

Amines aromatiques non sulfonées et aniline : pas plus de 10 mg/kg.

a) Détermination de l' amino-2-azobenzène et de l' amino-4-azobenzène :

Dissoudre 20,0 g de jaune solide dans 400 ml d'eau et ajouter 5 ml d'hydroxyde de sodium N. Agiter dans une ampoule à décantation avec 4 portions successives de 50 ml de chlorobenzène, chaque fois pendant 5 minutes. Avec des portions successives de 400 ml d'hydroxyde de sodium 0,1 N, laver les extraits chlorobenzéniques réunis jusqu'à ce que la couche aqueuse supérieure demeure incolore. Filtrer la solution chlorobenzénique sur un papier filtre épais plié et en mesurer l'extinction (E_1) au spectrophotomètre par rapport à celle du chlorobenzène contenu dans des cuves d'épaisseur appropriée (d_1), à 414 m μ .

Calcul :

$$\text{Teneur en 2 et 4-aminoazobenzène (mg/kg)} = \frac{E_1 \times 100}{0,397 \times d_1}$$

Note :

$$E \begin{matrix} 1 \text{ mg/ml} \\ 1 \text{ cm} \end{matrix} \text{ à } 414 \text{ m}\mu \begin{cases} \text{pour le 2-aminoazobenzène} = 39,7 \\ \text{pour le 4-aminoazobenzène} = 35,2 \end{cases}$$

On ne peut déterminer la teneur en 4-aminoazobenzène que jusqu'à 90 %. La méthode suivante permet de séparer les composés 2 et 4. Réduire 100 ml d'extrait chlorobenzénique à 20 ml environ par chauffage au bain-marie dans un courant d'air chaud. Verser la solution concentrée sur une colonne d'alumine (de dimensions appropriées). Eluer au chlorobenzène. Les premiers 100 ml d'éluat chlorobenzénique contiennent le 2-aminoazobenzène ; on procède ensuite à l'éluat du

composé para au chlorobenzène. Etendre les deux solutions à 100 ml. Mesurer l'extinction du composé ortho à 414 m μ (E₂), et celle du composé para à 376 m μ (E₃)

E $\frac{1 \text{ ng/ml}}{1 \text{ cm}}$ 414 m μ pour le 2-aminoazobenzène = 39,7

E $\frac{1 \text{ ng/ml}}{1 \text{ cm}}$ 376 m μ pour le 4-aminoazobenzène = 110

Teneur en 2-aminoazobenzène (ng/kg) = $\frac{E_2 \times 100}{0,397 \times d_2}$

Teneur en 4-aminoazobenzène (ng/kg) = $\frac{E_3 \times 100}{1,10 \times d_3}$

b) Détermination de l'aniline : Agiter 75 ml du reste d'extrait chlorobenzénique avec deux portions successives de 50 ml d'acide chlorhydrique 0,5 N puis avec deux portions successives de 25 ml d'eau. Neutraliser les extraits aqueux réunis avec une solution d'hydroxyde de sodium à 30 %, puis acidifier avec 10 ml d'acide chlorhydrique 0,5 N . Dissoudre dans cette solution 1-2 g de bromure de potassium. Après refroidissement dans de l'eau glacée, ajouter environ 20 gouttes de nitrite de sodium 0,1 N et laisser reposer pendant 10 mn. Eliminer l'excès de nitrite par addition d'acide aminosulfonique. Verser la solution dans environ 5 ml d'une solution à 3 % de sel R (sel sodique de l'acide naphтол-2-sulfonique-3,6) additionnée de 10 ml d'hydroxyde de sodium 2 N. Laisser reposer pendant 15 mn. Acidifier la solution de colorant en présence de rouge congo ST (indicateur) et filtrer. Le colorant aminoazobenzénique ne passe pas. Etendre le filtrat à 200 ml, puis mesurer l'extinction à 90 m μ , soit E₄.

Calcul :

Teneur en aniline (mg/kg) $\frac{E_4 \times 266}{2,26 \times d_4}$

E $\frac{1 \text{ ng/ml}}{1 \text{ cm}}$ 490 m μ pour l'aniline = 226

7. Jaune orangé S.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,2 %.

8. Orange GGN.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,2 %.

9. Cochenille et acide carminique.

Chromatographie sur papier : avec une solution à 2 g de citrate trisodique dans 100 ml d'hydroxyde d'ammonium à 5 %, la cochenille ne donne qu'une seule tache dans la zone alcaline.

11. Azorubine.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,2 %.

Colorants accessoires : pas plus de 1 %.

12. Amarante.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,2 %.

13. Rouge cochenille A.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,2 %.

14. Ecarlate GN.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,2 %.

15. Ponceau 6 R.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,2 %.

17. Bleu Patenté V.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,5 %.

Chrome (évalué en Cr) : pas plus de 20 mg/kg

Colorants accessoires : pas plus de 1 %.

18. Indigotine.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,2 %.

Colorants accessoires : pas plus de 1 %.

Acide isatine sulfonique : pas plus de 1 %.

19. Chlorophylles.

Cuivre : pas plus de 200 mg/kg.

20. Complexes cuivriques des chlorophylles et des chlorophyllines.

Une solution à 1 % de complexe cuivre-chlorophylle dans la térébentine ne doit pas être trouble et ne doit pas donner de dépôt.

Cuivre (Cu libre ionisable) : pas plus de 200 mg/kg.

22. Noir brillant BN.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,2 %.

Colorants accessoires : pas plus de 15 %. (La présence des colorants accessoires parmi lesquels a été identifié le composé diacétylé est indispensable pour obtenir la nuance exacte).

Produits intermédiaires : pas plus de 1 %.

23. Noir. 7984.

Produits insolubles dans l'eau : pas plus de 0,2 %.

Plomb : pas plus de 10 mg/kg

Arsenic : pas plus de 2 mg/kg

24. Carbo medicinalis vegetabilis.

Hydrocarbures aromatiques supérieurs : épuiser 1 g de noir de carbone par 10 g de cyclohexane pur pendant deux heures. L'extrait ne doit présenter aucune coloration ; en lumière ultra-violette, il ne doit pratiquement présenter aucune fluorescence ; par évaporation, il ne doit pas laisser de résidu.

Produits goudronneux : faire bouillir 2 g de noir de carbone avec 20 ml d'hydroxyde de sodium N, puis filtrer. Le filtrat doit être incolore.

25 a. Alpha, Beta, Gamma Carotène.

Chromatographie : Par absorption sur alumine ou gel de silice, le Beta-Carotène pur ne donne qu'une zone.

25 b. Bixine et Norbixine (Rouge, Annato).

Chromatographie :

a) Annato : Dissoudre dans le benzène une quantité suffisante d'Annato ou étendre suffisamment une solution benzénique d'Annato pour obtenir une solution de même couleur qu'une solution de bichromate de potassium à 0,1 %. Verser 3 ml de la solution en haut de la colonne d'alumine ; élué lentement. Laver la colonne trois fois au benzène. La bixine est très fortement absorbée à la surface de l'alumine et forme une zone d'un rouge orangé brillant (différence avec la crocétine). Une zone d'un jaune très pâle migre en général très rapidement à travers la colonne, même avec de la bixine pure cristallisée. La bixine n'est pas éluable au benzène, à l'éther de pétrole, au chloroforme, à l'acétone, à l'éthanol, ni au méthanol. Mais l'éthanol et le méthanol font virer la teinte de l'orangé au jaune orangé.

Réaction de Carr-Price: Chasser le benzène de la colonne en lavant trois fois au chloroforme préalablement déshydraté au moyen de carbonate de potassium. Après élution du dernier lavage chloroformé, ajouter en haut de la colonne 5 ml du réactif de Carr-Price. La zone de bixine vire immédiatement au bleu-vert (différence avec la crocétine).

b) Bixine : Dissoudre 1 à 2 mg de bixine cristallisée dans 20 ml de chloroforme. Ajouter 5 ml de cette solution en haut de la colonne préparée. Rincer la solution avec du chloroforme préalablement déshydraté au moyen de carbonate de sodium et procéder conformément aux indications a) Réaction de Carr Price.

c) Solutions alcalines de Norbixine : Dans une ampoule à décantation de 50 ml, mettre 2 ml d'une solution aqueuse d'Annato. Ajouter une quantité suffisante d'acide sulfurique 2 N pour obtenir une réaction fortement acide. La Norbixine se sépare sous forme de précipité rouge. Ajouter 50 ml de Benzène, puis agiter vigoureusement. Après séparation, jeter la couche aqueuse et laver la solution

benzénique avec 100 ml d'eau jusqu'à disparition de la réaction acide. Centrifuger pendant 10 minutes à 2500 tours/minute la solution (généralement émulsifiée) de Norbixine dans le Benzène. Décanter la solution limpide de Norbixine et deshydrater au moyen de sulfate de sodium anhydre. Verser 3 à 5 ml de cette solution en haut de la colonne d'alumine. La norbixine forme, comme la bixine, une zone rouge-orangé à la surface de l'alumine. Traitée par les éluants indiqués (en a), elle se comporte comme la bixine et donne aussi la réaction de Carr-Price.

27. Rouge de betterave et Bétanine.

Chromatographie sur papier : avec le butanol saturé d'acide chlorhydrique 2 N comme solvant (chromatographie ascendante), la bétanine donne une tache rouge unique avec une traînée brunâtre et faible migration.

30. Bioxyde de Titane.

Substances solubles dans l'acide chlorhydrique : mettre en suspension 5 g de Bioxyde de Titane dans 100 ml d'acide chlorhydrique 0,5 N et chauffer 30 mn au bain-marie, en agitant de temps à autre. Filtrer sur creuset de Gooch dont le fond a été garni de trois couches - la première d'amiante grossière, la deuxième de papier filtre réduit en pulpe, la troisième d'amiante fine. Laver par 3 portions successives d'acide chlorhydrique 0,5 N, de 10 ml chacune. Evaporer le filtrat à siccité dans une capsule de platine, puis chauffer au rouge sombre jusqu'à poids constant. Le poids du résidu ne doit pas dépasser 0,0175 g.

Antimoine : pas plus de 100 ng/kg.

Zinc : pas plus de 50 ng/kg.

Baryum-Composés solubles : pas plus de 5 mg/kg.

31. Hydroxydes et oxydes de fer.

Sélénium : pas plus de 1 ng/kg.

Mercure : pas plus de 1 ng/kg.