

JOURNAL OFFICIEL

DES

COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES

11 NOVEMBRE 1962

ÉDITION DE LANGUE FRANÇAISE

5^e ANNÉE N° 115

SOMMAIRE

COMMUNAUTÉ ÉCONOMIQUE EUROPÉENNE

LE CONSEIL

Informations

23 Oct. 1962

Directive du Conseil relative au rapprochement des réglementations des États membres concernant les matières colorantes, pouvant être employées dans les denrées destinées à l'alimentation humaine 2645/62

COMMISSION

Informations

FONDS EUROPÉEN DE DÉVELOPPEMENT

Signature d'une Convention de financement 2655/62
Résultats d'appels d'offres 2655/62

COMMUNAUTÉ ÉCONOMIQUE EUROPÉENNE

LE CONSEIL

INFORMATIONS

DIRECTIVE DU CONSEIL

**relative au rapprochement des réglementations des États membres
concernant les matières colorantes pouvant être employées dans les denrées
destinées à l'alimentation humaine**

LE CONSEIL DE LA COMMUNAUTÉ ÉCONOMIQUE EUROPÉENNE

vu le traité instituant la Communauté économique européenne et notamment ses articles 100 et 227, paragraphe 2,

vu la proposition de la Commission,

vu l'avis de l'Assemblée,

vu l'avis du Comité économique et social,

considérant que dans toute réglementation relative aux matières colorantes qui peuvent être employées dans les denrées destinées à l'alimentation humaine, il doit être tenu compte en premier lieu des nécessités de la protection de la santé publique, mais également des nécessités de la protection des consommateurs contre les falsifications ainsi que des nécessités économiques;

considérant que les différences entre les réglementations nationales concernant ces matières empêchent la libre circulation des denrées alimentaires, peuvent créer des conditions de concurrence inégales et ont de ce fait des incidences directes sur l'établissement ou le fonctionnement du marché commun;

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

considérant que l'harmonisation des réglementations en la matière suppose dans un premier stade l'établissement d'une liste unique des matières colorantes dont l'emploi en vue de la coloration des denrées alimentaires est autorisé, ainsi que la fixation des critères de pureté auxquels doivent répondre ces matières, l'harmonisation des conditions dans lesquelles peuvent être colorées les denrées alimentaires devant faire l'objet de décisions du Conseil dans un deuxième stade;

considérant que, pour tenir compte des nécessités économiques dans certains États membres, il convient de prévoir un délai durant lequel les États membres peuvent maintenir pour certaines matières colorantes les réglementations existantes, étant entendu qu'entre-temps le Conseil pourra statuer sur l'autorisation de ces matières en fonction du résultat des recherches scientifiques éventuellement effectuées.

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DIRECTIVE :

Article premier

1. Sauf dispositions contraires des articles 2, 3, 4 et 13, les États membres ne peuvent autoriser pour la coloration des denrées destinées à l'alimentation humaine (ci-après dénommées denrées

alimentaires) que les matières colorantes énumérées à l'annexe I.

2. L'emploi des matières susvisées pour la coloration des denrées alimentaires ne peut faire l'objet d'une interdiction générale.

3. Au cas où l'emploi dans les denrées alimentaires d'une des matières colorantes énumérées à l'annexe I serait susceptible de présenter un danger pour la santé humaine, un État membre peut suspendre, pour une période maximum d'un an, l'autorisation d'employer cette matière colorante dans les denrées alimentaires. Il en informe, dans le délai d'un mois, les autres États membres et la Commission. Sur proposition de la Commission, le Conseil statuant à l'unanimité décide sans délai, par voie de directive, si et, le cas échéant, dans quelle mesure la liste de l'annexe I doit être modifiée ; il peut, le cas échéant, prolonger la période mentionnée à la première phrase.

4. Les dispositions de la présente directive s'appliquent également aux produits importés et destinés, avec ou sans transformation, à la consommation à l'intérieur de la Communauté.

Article 2

1. Pendant un délai de trois années à compter de la notification de la présente directive, les États membres peuvent maintenir les dispositions des réglementations nationales existantes concernant les matières colorantes énumérées à l'annexe II.

2. Le Conseil pourra statuer conformément aux dispositions de l'article 100 du traité sur une proposition de directive tendant à autoriser ces matières colorantes avant l'expiration du délai prévu au paragraphe 1. L'autorisation ne peut être donnée que si les recherches scientifiques ont prouvé l'innocuité de ces matières pour la santé et si leur utilisation est nécessaire du point de vue économique. Les dispositions de l'article 12 s'appliquent dans le cas où le Conseil ne s'est pas prononcé dans le délai prévu au paragraphe 1.

Article 3

La présente directive n'affecte pas les dispositions des réglementations nationales concernant les matières naturelles entrant dans la fabrication de certaines denrées alimentaires parce qu'elles ont des propriétés aromatiques, sapides ou nutritives tout en ayant un effet colorant secondaire, notamment le paprika, le curcuma, le safran et le bois de santal.

Article 4

La présente directive n'affecte pas les dispositions des réglementations nationales concernant les matières colorantes autorisées :

a) pour la coloration des coquilles d'œufs durs, du tabac et des tabacs fabriqués,

b) pour l'estampillage des viandes, des agrumes, des croûtes de fromage, des coquilles d'œufs et des autres parties extérieures usuellement non consommées des denrées alimentaires.

Article 5

La présente directive n'affecte pas les dispositions des réglementations nationales déterminant les denrées alimentaires susceptibles d'être colorées au moyen des matières énumérées aux annexes I et II et les conditions de ce traitement.

Article 6

Les États membres n'autorisent, pour étendre ou dissoudre les matières colorantes énumérées à l'annexe I, que les seuls produits suivants :

Carbonate et carbonate acide de sodium
Chlorure de sodium
Sulfate de sodium
Glucose
Lactose
Saccharose
Dextrines
Amidons
Éthanol
Glycérol
Sorbitol
Huiles et graisses comestibles
Cire d'abeilles
Eau.

Article 7

En dérogation aux articles 5 et 6, les États membres n'autorisent l'emploi du pigment rubis ainsi que de la terre d'ombre brûlée, même mélangés à la paraffine solide ou à d'autres matières inoffensives, que pour la coloration des croûtes de fromage.

Article 8

Les États membres prennent toutes dispositions utiles :

— pour que les matières énumérées à l'annexe I, lorsqu'elles sont utilisées pour colorer des denrées alimentaires, répondent aux critères de pureté généraux et spécifiques fixés à l'annexe III;

— pour que les produits énumérés à l'article 6, lorsqu'ils sont utilisés pour étendre ou dissoudre les matières colorantes énumérées à l'annexe I, répondent aux critères de pureté généraux fixés à l'annexe III, section A, paragraphe 1, et paragraphe 2, alinéa b).

Article 9

1. Les États membres prennent toutes dispositions utiles pour que les matières colorantes énumérées à l'annexe I 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 économique européenne;

b) le numéro de la ou des matières colorantes selon la numérotation de la Communauté économique européenne indiquée à l'annexe I;

c) la mention : « Colorant pour denrées alimentaires ».

2. Si les inscriptions prévues au paragraphe 1 figurent sur les emballages ou récipients et si la mention prévue au paragraphe 1, alinéa c), a été rédigée dans deux langues officielles de la Communauté, l'une d'origine germanique et l'autre d'origine latine, les États membres ne peuvent refuser l'importation de matières colorantes énumérées à l'annexe I pour la seule raison qu'ils considèrent l'étiquetage comme insuffisant.

Article 10

Le chewing-gum est soumis aux dispositions de la présente directive en ce qui concerne sa coloration éventuelle.

Article 11

1. Sur proposition de la Commission, le Conseil, statuant à l'unanimité, peut modifier par voie de directive les critères de pureté fixés à l'annexe III

lorsque cela se révèle nécessaire, notamment sur la base des résultats des recherches scientifiques, dans l'intérêt de la protection de la santé publique.

2. Après consultation des États membres, la Commission détermine par voie de directive les méthodes d'analyse nécessaires en vue du contrôle des critères de pureté fixés à l'annexe III.

Article 12

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

2. En cas d'application de l'article 2, paragraphe 2, dernière phrase, la date d'expiration du délai prévu audit article se substitue à celle de la notification visée au paragraphe précédent.

Article 13

La présente directive n'affecte pas les dispositions des réglementations nationales concernant les produits destinés à l'exportation en dehors de la Communauté.

Article 14

La présente directive s'applique également aux départements d'outre-mer de la République française.

Article 15

Les États membres sont destinataires de la présente directive.

Fait à Bruxelles, le 23 octobre 1962.

Par le Conseil

Le président

E. COLOMBO

ANNEXE I

Les matières colorantes visées à l'article premier de la présente directive sont celles énumérées dans les trois sections ci-dessous.

La dénomination chimique indiquée est généralement celle de la combinaison avec le sodium. Sauf l'exception prévue pour le numéro E 180, pigment rubis, sont autorisés l'emploi de l'acide lui-même, celui des combinaisons avec le sodium, le calcium, le potassium et l'aluminium, même si celles-ci ne sont pas mentionnées, et celui d'autres combinaisons dans le cas où elles sont indiquées.

Les produits chimiques obtenus par synthèse, qui sont identiques aux matières colorantes d'origine naturelle énumérées ci-dessous, sont également autorisés.

Couleur	Numérotation de la C.E.E.	Dénomination usuelle (*)	Schultz	C.I.	D.F.G. (*)	Dénomination chimique ou description
I. Matières colorantes pour la coloration dans la masse et en surface						
Jaune	E 100	Curcumine	1 374	(1 238) 75 300	139	Di(hydroxy-4 méthoxy-3 phényl)-1,7 heptadiène-1,6 dione-3,5
	E 101	Lactoflavine (Riboflavine)	—	—	111	Diméthyl-6,7 (D'-1'-ribityl)-9 isoalloxazine; Diméthyl-7,8 (2, 3, 4, 5-tétrahydroxypentyl)-10 isoalloxazine
	E 102	Tartrazine	737	(640) 19 140	64	Sel trisodique de l'acide (sulfo-4'phénylazo-1')-4 [(sulfo-4' phényl)-1 hydroxy-5 pyrazolecarboxylique-3]
	E 103	Chrysoïnes S	186	(148) 14 270	26	Sel sodique du p-sulfobenzène azorésorcimol ou acide dihydroxy 2,4 azobenzène sulfonique-
	E 104	Jaune de quinoléine	918	(801) (3) 47 005 (3)	97	Sel disodique de l'acide (quinoléyl-2)-2 indandione-1,5 disulfurique, contenant un certain pourcentage de dérivés monosulfonés
Orange	E 105	Jaune solide	172	(16) 13 015	23	Sel disodique de l'acide (sulfo-4' phénylazo-1')-1 amino-4 benzène-sulfonique-5
	E 110	Jaune orangé S	—	15 985	29	Sel disodique de l'acide (sulfo-4' phénylazo-1')-1 naphtol-2 sulfonique-6
	E 111	Orange GGN	—	15 980	32	Sel disodique de l'acide (sulfo-3' phénylazo-1')-1 naphtol-2 sulfonique-6
Rouge	E 120	Cochenille, acide carminique	1 381	(1 239) 75 470	107	Extrait du coccus cacti y compris sous la forme de sels d ammonium
	E 121	Orseille orcéine	1 386	(1 242) —	141	Extrait obtenu en solution ammoniacale au contact de l'air, de la couleur rouge des espèces Roccella, Lichanora et Orchella
	E 122	Azorubine	208	(179) 14 720	38	Sel disodique de l'acide (sulfo-4 naphtylazo-1')-2 naphtol-1 sulfonique-4
	E 123	Amarante	212	(184) 16 185	40	Sel trisodique de l'acide (sulfo-4' naphtylazo-1')-1' naphtol-2 disulfonique-3,6
	E 124	Rouge cochenille A	213	(185) 16 255	41	Sel trisodique de l'acide (sulfo-4' naphtylazo-1')-1 hydroxy-2 naphthalène disulfonique-6,8
	E 125	Écarlate GN	—	14 815	34	Sel disodique de l'acide (sulfo-6' m-xyllylazo-1')-2 naphtol-1 sulfonique-5
	E 126	Ponceau 6 R	215	(186) 16 290	42	Sel tétrasodique de l'acide (sulfo-4' naphtylazo-1')-1 naphtol-2 trisulfonique-3, 6, 8
Bleu	E 130	Bleu anthraquinonique (bleu solanthrène RS)	1 228	(1 106) 69 800	104	Dihydro N, N' anthraquinone azine-1, 1, 1', 2'
	E 131	Bleu patenté V	826	(712) 42 051	85	Sel calcique de l'acide disulfonique de l'anhydride m-hydroxytétréthyl diamino triphényl carbinol
	E 132	Indigotine (carmin d'indigo)	1 309	(1 180) 73 015	105	Sel disodique de l'acide indigotine-disulfonique-5, 5'

Couleur	Numérotation de la C.E.E.	Dénomination usuelle (*)	Schultz	C.I.	D.F.G. (*)	Dénomination chimique ou description
Vert	E 140	Chlorophylles	1 403	(1 249 a) 75 810	110	<i>Chlorophylle a</i> : complexe magnésien de la tétraméthyl-1, 3, 5, 8 éthyl-4 vinyl-2 céto-9 carbométhoxy-10 phytyl propionate-7 phorbine <i>Chlorophylle b</i> : complexe magnésien de la triméthyl-1, 5, 8 formyl-3 éthyl-4 vinyl-2 céto-9 carbométhoxyl phytyl propionate-7 phorbine
	E 141	Complexes cuivriques des chlorophylles et des chlorophyllines	—	—	110	Complexe cuivre-chlorophylle et complexe cuivre-chlorophylline
Brun	E 150	Caramel (*)	—	—	—	Produit obtenu exclusivement par chauffage du saccharose ou d'autres sucres
Noir	E 151	Noir Brillant BN	—	28 440	58	Sel tétrasodique de l'acide [(sulfo-4 phénylazo-1)-4' sulfo-7' naphtylazo-1'] hydroxyacétyl amino-8 naphthalène disulfonique-3,5
	E 152	Noir 7984	—	—	—	Sel tétrasodique de l'acide [4-(4 sulfo-1-phénylazo)-7' sulfo-1-naphtylazo]-1-hydroxy-7-amino-naphthalène-3,6 disulfonique
Nuances diverses	E 153	Carbo medicinalis vegetalis	—	—	—	Charbon végétal ayant les qualités du charbon médicinal
	E 160	<i>Caroténoïdes</i> :	—	—	—	Toutes les formes trans
		a) alpha, beta, gamma Carotène	—	—	—	Le principal colorant des extraits de rocou dans l'huile est la bixine, colorant du groupe des caroténoïdes. La bixine est l'ester monométhylé de la norbixine. La norbixine est un acide dicarboxylique symétrique. Le principal colorant des extraits aqueux de rocou est le sel alcalin de la norbixine
		b) bixine Norbixine (Rocou Annatto)	—	—	—	Extrait du paprika
		c) Capsantéine Capsorubine	—	—	—	Toutes les formes trans
	d) Lykopène	—	—	—	—	
	E 161	<i>Xanthophylles</i> :	1 403	(1 249 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	—	—	—	—	
E 162	Rouge de betterave Bétanine	—	—	—	Extrait aqueux de la racine de betterave rouge	
E 163	<i>Anthocyanes</i> :	1 394 1 400	—	112	Les anthocyanes sont des glycosides de sels de phényl-2 benzopyrylium; la plupart sont des dérivés hydroxylés Ils renferment comme aglycones notamment les anthocyanidines suivantes : Pélargonidine, Cyanidine, Péonidine, Delphinidine, Pétunidine, Malvidine Les anthocyanes peuvent être obtenus à partir des fraises, mûres, cerises, prunes, framboises, mûres sauvages, cassis, groseilles, choux rouges, oignons rouges, canneberges, myrtilles, aubergines, raisins et sureaux	

II. Matières colorantes pour la coloration en surface seulement

E 170	Carbonate de calcium	1 405	(1 261) 77 220	—	
-------	----------------------	-------	-------------------	---	--

Couleur	Numérotation de la C.E.E.	Dénomination usuelle (1)	Schultz	C.I.	D.F.G. (2)	Dénomination chimique ou description
	E 171	Bioxyde de titane	1 418	(1 264) 77 891	—	
	E 172	Oxydes et Hydroxydes de fer	1 276 1 311 1 428 1 429 1 470	77 489 77 491 77 492 77 499	— — — —	
	E 173	Aluminium	—	77 000	—	
	E 174	Argent	—	—	—	
	E 175	Or	—	—	—	

III. Matières colorantes pour certains usages seulement

E 180	Pigment Rubis (Lithol-rubine BK) pour la coloration des croûtes de fromage	194	(163) 15 850	147	Exclusivement les sels de calcium et d'aluminium de l'acide (sulfo-2' méthyl-4' phénylazo-1)-1-naphtol-2-carboxylique-3
E 181	Terre d'ombre brûlée (pour la coloration des croûtes de fromage)		—	—	Produit résultant de la combustion à l'air d'un mélange pour l'essentiel d'oxydes de fer, de manganèse, de silicate, de carbonate et de sulfate de calcium et d'alumine

(1) Ces dénominations sont données à titre indicatif.

(2) Les abréviations signifient :

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

C.I. = Chiffre entre parenthèse : Rowe Colour Index 1924 autre chiffre : 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.

(*) Seule est visée la matière colorante « early dye » identique à celle reprise sous les numéros 918 Schultz et 97 D.F.G.

(*) Sous cette dénomination « Caramel » sont visés des produits de couleur brune plus ou moins accentuée, destinés à la coloration. Cette dénomination ne correspond pas à l'expression en langue allemande « Karamell », par laquelle on entend le produit sucré et aromatique provenant d'un chauffage du sucre, et utilisé en confiserie et pâtisserie.

ANNEXE II

Dénomination usuelle (1)	Schultz	C.I.	D.F.G. (2)	Dénomination chimique ou description
--------------------------	---------	------	------------	--------------------------------------

I. Matières colorantes pour la coloration dans la masse et en surface

Extraits de graines de Perse	1 369	(1 234) 75 640	138	Extrait des baies de divers Rhammus principalement infectorius, amygdalina et saxatilis
Orcanette, alcanne	1 382	(1 240) 75 520 75 530	140	Extrait de la racine d'Alcanna tinctoria
Caraméline végétale	—	—	—	Extrait de terre de Cassel, obtenu par traitement spécial de certaines tourbes et lignites
Érythrosine	887	(773) 45 430	93	Sel disodique ou dipotassique de la tétraiodofluorescéine ou hydroxy tétraiodo-carboxy phényl-fluorone
Vert acide brillant BS (Vert lissamine)	836	(737) 44 090	86	Sel sodique du di-(p-diméthylamino-phényl) hydroxy-2 disulfo-3, 6-naphtofuchsonimonium

II. Matières colorantes pour certains usages seulement

Bleu d'outremer (pour l'azurage des sucres)	1 435	(1 290) 77 007	—	Combinaison d'aluminium de sodium, de silice et de soufre
---	-------	-------------------	---	---

(1) et (2) Voir notes de l'annexe I.

ANNEXE III

CRITÈRES DE PURETÉ

A. CRITÈRES DE PURETÉ GÉNÉRAUX

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 matières suivantes, prises isolément : antimoine, cuivre, chrome, zinc, sulfate de baryum; ou plus de 200 mg/kg de l'ensemble de ces produits;
- c) 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 betanaphthylamine, ni benzidine, ni amino-4-diphényle (ou xénylamine), ni leurs dérivés;
- 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;
- e) 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. CRITÈRES DE PURETÉ SPÉCIFIQUES

E 101 — 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'une solution aqueuse obtenue en étendant à 1.000 ml, 3 ml de bichromate de potassium 0,1 N.

E 102 — Tartrazine

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

Colorants accessoires : pas plus de 1 %.

E 103 — Chrysoïne S

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

E 104 — Jaune de quinoléine

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

E 105 — 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'amine-2-azobenzène et de l'amine-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 :

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

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). Éluer au chlorobenzène. Les premiers 100 ml d'éluat chlorobenzénique contiennent le 2-aminoazobenzène; on procède ensuite à l'élution du composé *para* au chlorobenzène. Étendre les deux solutions à 100 ml. Mesurer l'extinction du composé *ortho* à 414 m μ (E_2), et celle du composé *para* à 376 m μ (E_3).

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

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

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

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

b) Détermination de l'aniline : Agiter 75 ml du reste d'extrait chlorobenzénique avec deux portions successives de 50 ml d'acide chlorohydrique 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 chlorohydrique 0,5 N. Dissoudre dans cette solution 1-2 g de bromure de potassium. Après refroidissement dans l'eau glacée, ajouter environ 20 gouttes de nitrite de sodium 0,1 N et laisser reposer pendant 10 mn. Éliminer l'excès de nitrite par addition d'acide aminosulfonique. Verser la solution dans environ 5 ml d'une solution de 3 % de sel R (sel sodique de l'acide naphthol-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) jusqu'à ce que ce dernier vire au bleu et filtrer. Le colorant aminoazobenzénique ne passe pas. Étendre le filtrat à 200 ml, puis mesurer l'extinction à 490 m μ , soit E_4 .

Calcul :

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

$$E \frac{1 \text{ mg/ml}}{1 \text{ cm}} \text{ à } 490 \text{ m } \mu \text{ pour l'aniline} = 226$$

E 110 — Jaune orangé S

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

E 111 — Orange GGN

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

E 120 — Cochenille et acide carminique

Chromatographie sur papier : avec une solution de 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.

E 122 — Azorubine

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

Colorants accessoires : pas plus de 1 %.

E 123 — Amarante

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

E 124 — Rouge cochenille A

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

E 125 — Écarlate GN

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

E 126 — Ponceau 6 R

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

Colorants accessoires : pas plus de 3 %.

E 131 — 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 %.

E 132 — Indigotine

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

Colorants accessoires : pas plus de 1 %.

Acide isatine sulfonique : pas plus de 1 %.

E 141 — Complexes cuivriques des chlorophylles et des chlorophyllines

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

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

E 151 — 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 %.

E 152 — 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

E 153 — Carbo medicinalis vegetalis

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.

E 160 a) — Alpha, Beta, Gamma Carotène

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

E 160 b) — Bixine et Norbixine (Rocou, Annatto)

Chromatographie :

- a) *Annatto* : Dissoudre dans le benzène une quantité suffisante d'Annatto ou étendre suffisamment une solution benzénique d'Annatto 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; éluer 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 du 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'Annatto. 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 mn à 2.500 tours/mn la solution (généralement émulsifiée) de norbixine dans le benzène. Décanter la solution limpide de norbixine et déshydrater 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 éluats indiqués en a), elle se comporte comme la bixine et donne aussi la réaction de Carr-Price.

E 162 — Rouge de betteraves, 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.

E 171 — 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. Évaporer le filtrant 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 mg/kg

Zinc : pas plus de 50 mg/kg

Baryum-composés solubles : pas plus de 5 mg/kg

E 172 — Hydroxydes et oxydes de fer

Sélénium : pas plus de 1 mg/kg

Mercure : pas plus de 1 mg/kg

E 181 — Terre d'ombre brûlée

Oxydes de manganèse comptés sur la base de Mn_2O_4 : pas plus de 8 %.

Matières organiques incomplètement brûlées : faire bouillir 2 grammes de terre d'ombre brûlée avec 30 ml d'une solution d'hydroxyde de potassium à 20 %, puis filtrer. Le filtrat doit être incolore.