

RECOMMANDATION
DU COMITE DE MINISTRES
DE L'UNION ECONOMIQUE BENELUX,
RELATIVE A L'HARMONISATION
DES LEGISLATIONS CONCERNANT
LES MATIERES COLORANTES
POUR LES DENREES DESTINEES
A L'ALIMENTATION HUMAINE

(M (63) 18)

Le Comité de Ministres de l'Union Economique Benelux,

Vu les articles 3 et 6 du Traité d'Union,

Vu l'article 9 de la Convention transitoire,

Considérant qu'il convient de réaliser l'harmonisation des législations relatives aux matières colorantes pour les denrées destinées à l'alimentation humaine,

Considérant qu'il est opportun de mettre en vigueur plus rapidement entre les pays du Benelux les dispositions qui ont fait l'objet de la Directive du 23 octobre 1962, émanant du Conseil de la Communauté Economique Européenne et relative aux matières colorantes pour les denrées destinées à l'alimentation humaine,

Recommande :

Article unique

Les Gouvernements des trois pays du Benelux sont invités à adapter leurs législations concernant les matières colorantes pour les denrées destinées à l'alimentation humaine, au Règlement ci-annexé dans un délai de douze mois à

245

dater de la signature de la présente Recommandation.

Fait à Bruxelles, le 23 septembre 1963.

Le Président du Comité de Ministres,

(s.) H. FAYAT.

REGLEMENT CONCERNANT LES MATIERES
COLORANTES POUR LES DENREES
DESTINEES A L'ALIMENTATION HUMAINE
(M (63) 18 Annexe)

Article 1^{er}

Pour autant que la coloration des denrées et boissons, destinées à l'alimentation humaine, est autorisée par des dispositions légales ou réglementaires nationales, il est interdit d'employer d'autres matières colorantes que celles énumérées à l'addendum I du présent Règlement.

Article 2

Les produits suivants peuvent être employés pour étendre ou dissoudre les matières colorantes énumérées aux addenda I et II du présent Règlement :

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

Article 3

Les matières colorantes énumérées à l'addendum I du présent Règlement doivent répondre aux critères de pureté généraux et spécifiques fixés à l'addendum III du présent Règlement.

Les produits énumérés à l'article 2, de ce Règlement, doivent répondre aux critères de pureté généraux fixés à l'addendum III, section A, paragraphe 1 et paragraphe 2, alinéa b) du présent Règlement.

Article 4

L'emploi du piment rubis (E 180) et de la terre d'ombre brulée (E 181), même mélangés à la paraffine solide ou à d'autres matières inoffensives, n'est autorisé que pour la coloration des croûtes de fromage.

Article 5

Le présent Règlement ne s'applique pas :

- a) aux matières colorantes destinées à la coloration des coquilles d'œufs durs, du tabac et des tabacs fabriqués ;
- b) aux matières colorantes destinées à l'estampillage des viandes, des agrumes, des croûtes de fromage, des coquilles d'œufs, et des autres parties extérieures usuellement non consommées ;
- c) aux matières naturelles qui entrent dans la fabrication de certaines denrées alimentaires en raison de leurs propriétés aromatiques, sapides ou nutritives et qui possèdent un effet colorant secondaire, notamment le paprika, le curcuma, le safran et le bois de santal ;
- d) aux produits destinés à l'exportation en dehors des pays du Benelux.

Article 6

Les matières colorantes énumérées à l'addendum I du présent Règlement, doivent porter sur leurs emballages ou récipients :

- a) le nom et l'adresse du fabricant ou du vendeur établi à l'intérieur des pays du Benelux ;
- b) le numéro de la ou des matières colorantes selon la numérotation indiquée à l'addendum I du présent Règlement ;
- c) la mention : « Colorants pour denrées alimentaires ».

Article 7

Le chewing-gum est soumis aux dispositions du présent Règlement en ce qui concerne sa coloration éventuelle.

Article 8

Les matières colorantes énumérées à l'addendum II du présent Règlement peuvent être utilisées jusqu'au 23 octobre 1965 au plus tard, pour autant qu'elles figurent dans les législations nationales actuellement en vigueur.

(Addenda à : M (63) 18)

ADDENDUM I

Les matières colorantes visées à l'article premier de la présente Recommandation 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 (1)	Schultz	C.I.	D.F.G. (2)	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'-l'-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 azorésorcinol ou acide dihydroxy 2,4 azobenzène sulfonique-
	E 104	Jaune de quino-léine	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 naphтол-2 sulfonique-6
	E 111	Orange GGN	—	15 980	32	Sel disodique de l'acide (sulfo-3' phénylazo-1')-1 naphтол-2 sulfonique-6

Couleur	Numérotation de la C.E.E.	Dénomination usuelle (1)	Schultz	C.I.	D.F.G. (2)	Dénomination chimique ou description
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' naphtyl-azo-1')-2 naphtol-1 sulfonique-4
	E 123	Amarante	212	(184) 16 185	40	Sel trisodique de l'acide (sulfo-4' naphtyl-azo-1')-1' naphtol-2 disulfonique-3,6
	E 124	Rouge cochenille A	213	(185) 16 255	41	Sel trisodique de l'acide (sulfo-4' naphtyl-azo-1')-1 hydroxy-2 naphtalène disulfonique-6,8
	E 125	Ecarlate GN	—	14 815	34	Sel disodique de l'acide (sulfo-6' m-xylyl-azo-1')-2 naphtol-1 sulfonique-5
	E 126	Ponceau 6 R	215	(186) 16 290	42	Sel tétrasodique de l'acide (sulfo-4' naphthylazo-1')-1 naphtol-2 trisulfonique-3, 6, 8
Bleu	E 130	Bleu anthraquinonique (bleu solantrène RS)	1 228	(1 106) 69 800	104	Dihydro N, N' anthraquinone azine-1, 1', 2'
	E 131	Bleu patenté V	326	(712) 42 051	85	Sel calcique de l'acide disulfonique de l'anhydride m-hydroxytétraéthyl 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 (1)	Schultz	C.I.	D.F.G. (2)	Dénomination chimique ou description
Vert	E 140	Chlorophylles	1 043	(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-10 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 (4)	—	—	—	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-naphtalène-3,6 disulfonique
	E 153	Carbo medicinalis vegetalis	—	—	—	Charbon végétal ayant les qualités du charbon médicinal

Couleur	Numérotation de la C.E.E.	Dénomination usuelle (1)	Schultz	C.I.	D.F.G. (2)	Dénomination chimique ou description
Nuances diverses	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 monométhylque de la norbixine. La norbixine est un acide dica boxylique 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
	E 161	d) Lycopène	1 403	(1 249 a)	144	Les xanthophylles sont des dérivés cétoniques et/ou hydroxyliques du carotène
		<i>Xanthophylles :</i>	—	—	—	
		a) Flavoxanthine	—	—	—	
		b) Lutéine	—	—	—	
	E 162	c) Kryptoxanthine	—	—	—	
		d) Rubixanthine	—	—	—	
		e) Violoxanthine	—	—	—	
		f) Rhodoxanthine	—	—	—	
		Rouge de betterave	—	—	—	Extrait aqueux de la racine de betterave rouge
		Bétanine	—	—	—	

Couleur	Numérotation de la C.E.E.	Dénomination usuelle (1)	Schultz	C.I.	D.F.G. (2)	Dénomination chimique ou description
	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 : Pé-largonidine, 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 pour la coloration en surface seulement

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

Couleur	Numérotation de la C.E.E.	Dénomination usuelle (1)	Schultz	C.I.	D.F.G. (2)	Dénomination chimique ou description
	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 sulfate, 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, Farbstoffentabellen, 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 verschiedene Ländern, Zusammenge stellt im Auftrag der Kommission von Prof. Dr. G. Hecht, Wuppertal-Elberfeld, Mitteilung 6 der Farbstoff-Kommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft, 2. Auflage, Wiesbaden 1957.

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

(4) 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.

ADDENDUM 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, alcannine	1 382	(1 240) 75 520 75 530	140	Extrait de la racine d'Alcanna tinctoria
Erythrosine	887	(773) 45 430	93	Sel disodique ou dipotassique de la tétra-iodofluorescéine ou hydroxy tétraiodio-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'addendum I.

ADDENDUM III

CRITERES DE PURETE

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 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 betanaphtylamine, 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. CRITERES DE PURETE SPECIFIQUES

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 décantier 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 — Chrysoline 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 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 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 $m\mu$.

Calcul :

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

Note :

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

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'éluution 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 1 mg/ml 414 m_μ pour le 2-aminoazobenzène = 39,7
 1 cm

E 1 mg/ml 376 m_μ pour le 4-aminoazobenzène = 110
 1 cm

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

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

- 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 naphtol-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 1 mg/ml 490 m_μ pour l'aniline = 226
 1 cm

E 110 — Jaune orange 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 — Ecarlate 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 térebenthine 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'extract ne doit présenter aucune coloration ; en lumière ultraviolette, 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'Anatto. 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. Décanté 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. Traité 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. Evaporer 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 calculés sur la base de $Mn_3 O_4$: 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.