

1197

RECOMMANDATION

**du Comité de Ministres de l'Union Economique Benelux
concernant l'application de méthodes d'analyse de référence
Benelux se rapportant à la recommandation M (68) 19,
relative à l'harmonisation des législations en
matière de thé, extrait de thé, maté et succédanés de thé
M (69) 29**

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

Vu les articles 3, 6 et 7 du Traité d'Union,

Vu l'article 9 de la Convention transitoire,

Vu la Recommandation du Comité de Ministres du 29 janvier 1968,
relative à l'harmonisation des législations en matière de thé, extrait
de thé, maté et succédanés de thé, M (68) 19,

Considérant qu'il y a lieu d'éviter des contestations nées de l'ap-
plication de techniques d'analyse différentes ou de l'emploi de
normes différentes,

Considérant qu'en particulier l'harmonisation du contrôle des den-
rées alimentaires exige la mise en œuvre des techniques identiques
ou équivalentes et l'emploi de modes d'expression semblables et
le recours à des normes identiques ou équivalentes,

Recommande :

Article unique

Les Gouvernements des trois pays du Benelux sont invités à
introduire, avant le 1^{er} mars 1970 dans leurs législations, comme
seules méthodes de référence valables, les méthodes d'analyse
ci-annexées relatives au thé, extrait de thé, maté et succédanés
de thé.

Fait à Bruxelles, le 23 décembre 1969.

Le Président du Comité de Ministres,

H. FAYAT

1198

METHODE D'ANALYSE

**afférente à la Recommandation M (68) 19 concernant
le thé, l'extrait de thé, le maté et les succédanés de thé
M (69) 29, Annexe**

1. HUMIDITE

1.1. Peser exactement 5 à 10 g de la denrée réduite en poudre dans un pèse-filtre taré, à fond plat et à couvercle hermétique.

1.2. Sécher à 102-105° C jusqu'à ce que la perte de poids entre deux pesées effectuées à intervalle de 45 minutes soit inférieure à 5 mg.

1.3. La perte de poids rapportée à 100 g représente la teneur en eau.

2. CENDRES**Réactifs**

— Acide sulfurique 94-96 % en poids ; p.s. 1,837-1,840

— Carbonate d'ammonium solide.

2.1. Peser dans un creuset taré exactement 5 à 10 g de la denrée réduite en poudre.

2.2. En faire une pâte avec de l'eau ; ajouter 1 ml d'acide sulfurique et mélanger à nouveau.

2.3. Chauffer avec précaution pour éliminer l'eau et l'excès d'acide sulfurique, puis calciner. Laisser refroidir. Ajouter au résidu quelques gouttes d'acide sulfurique et calciner à nouveau.

2.4. Pendant la calcination, ajouter un peu de carbonate d'ammonium. Laisser refroidir et peser.

2.5. Rapporter à 100 g de denrées le poids de cendres sulfatées obtenu. Calculer la teneur en cendre en multipliant par 8/9.

3. CENDRES INSOLUBLES DANS L'ACIDE CHLORHYDRIQUE**Réactifs**

— Acide chlorhydrique 4 n.

1199

3.1. Traiter, par de l'acide chlorhydrique dilué chaud et porter à ébullition durant 10 minutes les cendres obtenues selon 2. Filtrer sur un filtre sans cendres, laver jusqu'à disparition de la réaction acide. Incinérer le filtre puis calciner.

3.2. Laisser refroidir dans un exsiccateur et peser. Répéter la calcination et le refroidissement jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure à 1 mg.

3.3. Exprimer le résultat en pourcent de poids de la denrée.

4. CENDRES INSOLUBLES DANS L'EAU

Reprendre, par de l'eau chaude, les cendres obtenues selon 2.

Filtrer sur filtre sans cendres. Calciner ce filtre et son contenu et peser. Exprimer le résultat en pourcentage du poids de la denrée.

5. EXTRAIT ET MATIÈRE SÈCHE

5.1. Pour les denrées constituées de feuilles

5.1.1. Peser exactement 5 g de la denrée dans un bécher et ajouter 750 ml d'eau.

Faire bouillir pendant 15 minutes.

5.1.2. Décanté à chaud sur un filtre préalablement taré.

5.1.3. Faire bouillir à nouveau, pendant 15 minutes, avec 750 ml d'eau le résidu demeuré dans le bécher et décanté à chaud. Exécuter 4 fois cette opération.

Lors de la dernière filtration rassembler les feuilles sur le filtre.

5.1.4. Sécher le filtre et son contenu à 102-105° C jusqu'à poids constant.

5.1.5. La perte de poids de la denrée, multipliée par 20 et diminuée de la teneur en humidité de la denrée, représente l'extrait en %.

5.2. Pour les extraits secs

5.2.1. Calculer la teneur en matière sèche en soustrayant de 100 le pourcentage d'eau défini selon 1.

6. FILTH-TEST

Réactifs

— Acide chlorhydrique, 4 n.

— Ethanol, 96 % vol.

1200

- Ether de pétrole, P.E. 40-60° C.
- Paraffine liquide.

Appareillage

- Ampoule à décantation, terminée par un corps cylindrique (diamètre 1 cm, longueur 8 cm) au-dessus du robinet.
- Deux plaques de verre, dont une dotée d'un quadrillage à écartement de 2 mm. Les traits doivent être numérotés.
- Filtre au kieselgur, Delta n° 325, ou équivalent, diamètre 4 cm.
- Filtre, SS n° 1575 ou équivalent, diamètre 5 cm.
- Bande adhésive transparente.

6.1. Déposer 25 g de thé dans un vase conique de 1 litre. Ajouter 350 ml d'eau et 50 ml d'acide chlorhydrique. Porter le mélange à l'ébullition, tout en le remuant, et maintenir l'ébullition pendant 1 heure. Veiller à ce qu'aucun composant solide n'adhère à la paroi du vase, au-dessus du liquide. Laisser refroidir quelque peu.

6.2. Ajouter 20 ml de paraffine, remuer énergiquement et ajouter de l'eau jusqu'à ce que la couche de paraffine se trouve dans le col du vase. Laisser reposer le vase pendant 15 minutes.

6.3. Remplir d'eau le corps cylindrique de l'ampoule de décantation, transvaser la paraffine et une partie du liquide aqueux dans l'ampoule à décantation. Compléter le volume du vase avec de l'eau et transvaser à nouveau dans l'ampoule à décantation. Répéter cette opération jusqu'à ce que toute la paraffine soit passée dans l'ampoule de décantation. Laisser reposer pendant 15 minutes.

6.4. Introduire à nouveau 5 ml de paraffine dans le vase et agiter convenablement tout le contenu. Ajouter de l'eau jusqu'à ce que la couche de paraffine se trouve dans le col du vase. Laisser reposer pendant 15 minutes.

6.5. Laisser s'écouler l'eau de l'ampoule à décantation tout en veillant à ce que la partie cylindrique reste remplie d'eau. Transvaser ensuite, dans l'ampoule à décantation, la couche de paraffine du vase et une partie de la solution aqueuse.

6.6. Répéter deux fois les opérations 6.4. et 6.5.

6.7. Laisser à nouveau s'écouler la majeure partie de l'eau de l'ampoule à décantation, ajouter 300 ml d'eau. Agiter, puis, après avoir laissé reposer pendant 15 minutes, évacuer la plus grande partie de l'eau. Répéter cette opération jusqu'à ce que l'eau évacuée soit limpide.

1201

6.8. Ajouter 100 ml d'éther de pétrole et 200 ml d'eau. Agiter et, après avoir laissé reposer pendant 15 minutes, évacuer l'eau jusqu'à ce qu'il n'en reste plus que quelques ml.

6.9. Sur un filtre Buchner de 4 cm de diamètre, placer un filtre au kieselgur surmonté du filtre SS n° 1575. Faire adhérer ce dernier au pourtour de la paroi du Buchner.

6.10. Verser, par fractions le liquide de l'ampoule à décantation sur le filtre et aspirer, en couvrant le Buchner d'un verre de montre. Rincer complètement l'ampoule à décantation à l'eau et verser l'eau de rinçage sur le filtre.

Rincer à quatre reprises avec 20 ml d'éthanol.

6.11. Déposer le filtre dans une boîte de Petri et le sécher à 60° C. Imprégner le filtre par quelques gouttes de paraffine réparties sur sa surface.

6.12. Placer le filtre entre les deux plaques de verre, de telle sorte que les traits de la plaque quadrillée soient directement en contact avec le filtre. Fixer les deux plaques de verre à l'aide de bandes adhésives transparentes.

6.13. Compter sous faible grossissement les insectes, les acariens, leurs fragments ainsi que les poils de rongeurs, présents sur toute la surface du filtre.

6.14. Exprimer le résultat par rapport aux 25 g de matière examinée.

7. CAFEINE

Réactifs

— Acide acétique glacial.

— Solution d'eau oxygénée acidifiée : ajouter 1 ml d'acide acétique glacial à 100 ml d'eau oxygénée à 3 %.

— Solution de permanganate de potassium 1 %.

— Chloroforme.

— Paraffine solide.

— Tétrachlorure de carbone.

7.1. Dans le thé

7.1.1. Peser exactement dans un bécher 15 g de thé moulu.

Mélanger avec environ 7,5 ml d'eau.

7.1.2. Après 1 à 2 h, transférer le mélange dans la cartouche d'un extracteur et extraire par du tétrachlorure de carbone.

1202

7.1.3. Ajouter à l'extrait 1 g de paraffine solide et distiller le tétrachlorure de carbone.

7.1.4. Faire bouillir le résidu avec 50 ml d'eau pendant une demi-minute environ sur une plaque d'amiante. Après refroidissement, filtrer l'extrait, sur un filtre mouillé.

7.1.5. Répéter à trois reprises cette opération, chaque fois avec 25 ml d'eau. Laver le filtre à l'aide de 75 ml d'eau bouillante.

7.1.6. Ajouter au filtrat refroidi 30 ml de solution de permanganate de potassium. Laisser reposer pendant un quart d'heure.

7.1.7. Ajouter goutte à goutte la solution d'eau oxygénée acidifiée jusqu'à ce que l'excès de permanganate de potassium soit réduit sous forme de MnO_2 . Chauffer le liquide pendant un quart d'heure au bain-marie bouillant puis filtrer à chaud. Laver le filtre et le précipité à l'aide de 75 ml d'eau chaude.

7.1.8. Evaporer à sec le filtrat dans une capsule de verre, au bain-marie. Sécher encore pendant un quart d'heure à 100° C. Extraire immédiatement le résidu par du chloroforme chaud.

7.1.9. Filtrer l'extrait chloroformique, le recueillir dans un matras taré, et distiller le chloroforme. Sécher le résidu pendant une demi-heure à 102-105° C et peser.

7.2. Dans les extraits

7.2.1. Dans un perforateur, extraire par le tétrachlorure de carbone 50 ml d'extrait (pour les extraits secs, faire une solution appropriée avec de l'eau).

Distiller le tétrachlorure de carbone.

7.2.2. Poursuivre le dosage selon 7.1.4. et suivants.

8. HYDRATES DE CARBONE SOLUBLES DANS L'EAU (dans les extraits de thé en poudre contenant des hydrates de carbone)

Réactifs

- Acide chlorhydrique 30 %
- Solution d'hydroxyde de sodium, 4 n
- Iodure de potassium
- Acide sulfurique 25 % en poids
- Thiosulfate de sodium 0,1 n
- Empois d'amidon 1 %

1203

— Réactif de Luff-Schoorl : préparer les trois solutions suivantes :

- a. 25 g de sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans 100 ml d'eau ;
 - b. 388 g de carbonate de sodium ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) dans 300 à 400 ml d'eau ;
 - c. 50 g d'acide citrique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) dans 50 ml d'eau.
- Verser prudemment la solution c. dans la solution b. refroidie et brasser jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement d'acide carbonique. Ajouter à ce mélange, tout en remuant, la solution a. Laisser refroidir, compléter à un litre et filtrer après 24 heures. La solution ainsi préparée accuse un pH d'environ 9,9.

Contrôler les réactifs comme suit :

aa. A 25 ml de réactif, ajouter 3 g d'iodure de potassium dissoute dans un peu d'eau, et 25 ml d'acide sulfurique 25 % en poids. Titrer avec du thiosulfate de sodium 0,1 n. A la fin de la titration, ajouter un peu d'empois d'amidon. La quantité de thiosulfate de sodium 0,1 n utilisée doit être de 25 ml.

bb. Dans un ballon jaugé de 100 ml, introduire 10 ml de réactif et porter au trait.

Dans un vase conique, mélanger 10 ml de ce réactif dilué et 25 ml d'acide chlorhydrique 0,1 n ; chauffer pendant une heure au bain-marie bouillant. Laisser refroidir, ramener au volume initial avec de l'eau et titrer par NaOH 0,1 n en présence de phénolphthaléine. La quantité de NaOH 0,1 n utilisée doit être de 5,5 à 6,5 ml.

cc. Titrer par de l'acide chlorhydrique 0,1 n en présence de phénolphthaléine, 10 ml de réactif dilué suivant bb. La quantité de HCl 0,1 n utilisée doit être de 6 à 7,5 ml.

8.1. Peser exactement 3 à 4 g de la denrée dans un vase conique de 200 ml. Dissoudre dans 50 ml d'eau et ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique. Placer un réfrigérant à reflux sur le vase et faire bouillir pendant 1 heure sous réfrigération à reflux.

8.2. Laisser refroidir ; neutraliser par la solution d'hydroxyde de sodium. Transférer la solution dans un ballon jaugé de 100 ml, porter au trait avec de l'eau distillée et mélanger. Filtrer éventuellement la solution sur un filtre plissé.

8.3. Pipeter 25 ml de réactif de Luff-Schoorl et une quantité appropriée de la solution obtenue en 8.2. dans un vase conique de 300 ml. Ajouter de l'eau de façon que le volume total atteigne 50 ml. Ajouter quelques fragments de pierre ponce et munir le vase conique d'un réfrigérant à reflux.

1204

Placer le récipient sur un treillis métallique recouvert d'un carton d'amiante percé d'un trou de même diamètre que le fond du vase conique. Porter le contenu du vase conique à ébullition en deux minutes et maintenir pendant exactement 10 minutes en ébullition modérée.

Si toute la solution cuivrique est réduite, diminuer la quantité de solution obtenue selon 8.2. et, après adjonction de 25 ml de réactif de Luff-Schoorl, ajouter de l'eau de façon que le volume atteigne 50 ml. (Le dosage donne le meilleur résultat lorsque les 25 ml de solution contiennent entre 15 et 60 mg de sucre réducteur).

8.4. Refroidir rapidement jusqu'à 20° C. Ajouter 3 g d'iodure de potassium dissoute dans un peu d'eau puis ajouter prudemment, tout en agitant continuellement, 25 ml d'acide sulfurique.

Titrer immédiatement la solution par le thiosulfate de sodium 0,1 n en agitant continuellement. Vers la fin de la titration, ajouter 1 à 2 ml d'empois d'amidon.

8.5. Exécuter de la même manière un essai à blanc en remplaçant la solution titrée par 25 ml d'eau.

8.6. Calculer de la manière suivante la teneur en hydrate de carbone soluble dans l'eau. Retrancher le nombre de ml de thiosulfate de sodium 0,1 n utilisés pour le dosage, du nombre de ml de thiosulfate de sodium 0,1 n utilisés pour l'essai à blanc.

A l'aide de la table de Luff-Schoorl, chercher la quantité de glucose correspondant à la différence (= m mg).

Soit n = ml de la solution sucrée utilisée en 8.3.

p = poids en g de la denrée pesée.

La teneur en hydrate de carbone soluble dans l'eau, exprimée en grammes pour-cent de glucose est

$$\frac{10 \text{ m}}{n.p}$$

8.7. Table selon Luff-Schoorl : voir p. 1205 à 1207.

9. EXIGENCES MICROBIOLOGIQUES

A l'examen macroscopique, la surface du thé ne peut pas révéler la présence de moisissures.

8.7. Tabel volgens Luff-Schoorl

Suikerbepaling volgens Luff-Schoorl

Glucose - Fructose - Invertsuiker

8.7. Table selon Luff-Schoorl

Recherche du sucre selon Luff-Schoorl

Glucose - Fructose - Sucre inverti

A nl	Tiende ml thio/Dixième de ml thio									B
thio	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	240	264	288	312	336	360	384	408	432	456
2	480	504	528	552	576	600	624	648	672	696
3	720	745	770	795	820	845	870	895	920	945
4	970	995	1020	1045	1070	1095	1120	1145	1170	1195
5	1220	1245	1270	1295	1320	1345	1370	1395	1420	1445
6	1470	1495	1520	1545	1570	1595	1620	1645	1670	1695
7	1720	1746	1772	1798	1824	1850	1876	1902	1928	1954
8	1980	2006	2032	2058	2084	2110	2136	2162	2188	2214
9	2240	2266	2292	2318	2344	2370	2396	2422	2448	2474
10	2500	2526	2552	2578	2604	2630	2656	2682	2708	2734
11	2760	2787	2814	2841	2868	2895	2922	2949	2976	3003
12	3030	3057	3084	3111	3138	3165	3192	3219	3246	3273
13	3300	3327	3354	3381	3408	3435	3468	3489	3516	3543
14	3570	3598	3626	3654	3682	3710	3738	3766	3794	3822
15	3850	3878	3906	3934	3962	3990	4018	4046	4074	4102
16	4130	4159	4188	4217	4246	4275	4304	4333	4362	4391
17	4420	4449	4478	4507	4536	4565	4594	4623	4652	4681
18	4710	4739	4768	4797	4826	4855	4884	4913	4942	4971
19	5000	5030	5060	5090	5120	5150	5180	5210	5240	5270
20	5300	5330	5360	5390	5420	5450	5480	5510	5540	5570
21	5600	5631	5662	5693	5724	5755	5786	5817	5848	5879
22	5910	5941	5972	6003	6034	6065	6096	6127	6158	6189
23	6220	6251	6282	6313	6344	6375	6406	6437	6468	6499
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9

Honderdste ml thio/Centièmes de ml thio

C

1	2	3	4	5	6	7	8	9
2	5	7	10	12	14	17	19	22
2	5	7	10	12	14	17	19	22
3	5	8	10	13	15	18	20	23
3	5	8	10	13	15	18	20	23
3	5	8	10	13	15	18	20	23
3	5	8	10	13	15	18	20	23
3	5	8	10	13	16	18	21	23
3	5	8	10	13	16	18	21	23
3	5	8	10	13	16	18	21	23
3	5	8	10	13	16	18	21	23
3	5	8	11	14	16	19	22	24
3	5	8	11	14	16	19	22	24
3	5	8	11	14	16	19	22	24
3	6	8	11	14	17	20	22	25
3	6	8	11	14	17	20	22	25
3	6	9	12	15	17	20	23	26
3	6	9	12	15	17	20	23	26
3	6	9	12	15	17	20	23	26
3	6	9	12	15	18	21	24	27
3	6	9	12	15	18	21	24	27
3	6	9	12	16	19	22	25	28
3	6	9	12	16	19	22	25	28
3	6	9	12	16	19	22	25	28
1	2	3	4	5	6	7	8	9

Voor gebruiksaanwijzing :
zie blz. 1207.

Pour le mode d'emploi :
voir page 1207.

Gebruiksaanwijzing

Zoek in de kolom links het aantal hele ml thio 1/10 N dat bij de titratie gevonden wordt, en onder het hoofd « tiende ml thio » het aantal tiende ml.

Lees de waarde die zich op het snijpunt van de corresponderende banen bevindt af. Zoek vervolgens rechts boven het aantal honderste ml thio dat getitreerd werd en lees de corresponderende hoeveelheid suiker af op het snijpunt met de baan die het gehele aantal ml aangaf. Tel de beide aldus verkregen waarden op en deel door honderd. De uitkomst geeft de gevraagde hoeveelheid suiker in milligrammen.

Voorbeeld : titratiecijfer : 5,23 ml

$$\text{Hoeveel suiker : } \frac{1270 + 8}{100} = 12,78 \text{ mg}$$

Mode d'emploi

Repérer, dans la colonne A, le nombre entier de ml de thio 1/10 N trouvé lors de la titration et, sous B le nombre de dixièmes de ml.

Noter la valeur figurant à l'intersection des séries horizontale et verticale de chiffres. Repérer ensuite, sous C, le nombre de centièmes de ml de thio titrés ; noter la quantité de sucre figurant à l'intersection de la colonne des centièmes et de la ligne horizontale des ml entiers. Additionner les deux valeurs trouvées et diviser par cent. Le résultat donne, en milligrammes, la quantité de sucre recherchée.

Exemple : chiffre de titration : 5,23 ml

$$\text{Quantité de sucre : } \frac{1270 + 8}{100} = 12,78 \text{ mg}$$