

C.T.C.P.A.	CONSERVES DE COEURS DE PALMIERS	DECISION N° 93 MARS 1995 Mise à jour : indice a
-------------------	--	--

Titre I - DEFINITION

Article 1

Les conserves alimentaires dénommées "coeurs de palmiers" doivent être conformes aux critères ci-après, et préparées à partir de parties comestibles de palmier, des variétés *Euterpe edulis* (Mart.) ou *Euterpe oleracea* (Mart.). Tout autre type ou variété peut être utilisé après déclaration à la Direction Générale de la Concurrence, de la Consommation et de la Répression des Fraudes.

Article 2

a) La dénomination "Coeurs de palmiers" ou "coeurs de palmiers en morceaux", est réservée aux coeurs de palmiers présentés en turions (ou morceaux) issus du bourgeon terminal du palmier et de sa partie supérieure, coupés diamétralement en morceaux ayant au moins 82 mm et 35 mm.

b) La dénomination "Coeurs de palmiers en tranches" ou "coeurs de palmiers moyens" ou "en rondelles" est réservée aux coeurs de palmiers issus du bourgeon terminal du palmier et de sa partie supérieure, coupés transversalement en tranches d'une épaisseur comprise entre 15 mm et 35 mm.

c) La dénomination "Brisures de coeurs de palmiers" est réservée aux morceaux de coeurs de palmiers de longueur inférieure à 15 mm.

d) La dénomination "Morceaux de stipe de palmiers" est réservée à la partie inférieure du bourgeon terminal coupée en morceaux de forme variable.

e) Tout autre mode de présentation est autorisé à condition :
- qu'il se distingue suffisamment des modes de présentation énoncés dans la présente décision
- qu'il satisfasse à toutes les autres exigences de la présente décision
- qu'il soit décrit de façon appropriée sur l'étiquette afin qu'il n'y ait pas, pour le consommateur, possibilité de confusion ou d'erreur.

Article 3

I - Préparation

Les coeurs de palmiers en conserve doivent être présentés dans un milieu de couverture approprié, additionné éventuellement de divers ingrédients.

a) La dénomination "Coeurs de palmiers" et le cas échéant "morceaux de stipe de palmiers" est réservée aux conserves additionnées d'un liquide de couverture composé d'eau et éventuellement de sel et de sucres tels que définis par le décret n° 77-876 du 12 Juillet 1977 concernant les sucres destinés à l'alimentation humaine.

b) Sous réserve d'une dénomination de vente appropriée, les conserves de "coeurs de palmiers" et de "morceaux de stipe de palmiers" peuvent être additionnées de divers ingrédients : herbes aromatiques et épices, garniture composée d'un ou plusieurs légumes (oignons, carottes, morceaux de poivrons verts et/ou rouges...) dans la limite de 10% en masse par rapport à la masse nette égouttée, beurre, margarine et autres matières grasses végétales ou animales comestibles.

DECISION N° 93 - Conserves de Coeurs de Palmiers - 2/4

c) Tout autre mode de préparation du produit est admis à condition :

- qu'il soit suffisamment différent des modes de préparation exposés dans la présente décision
- qu'il satisfasse à toutes les autres exigences de la présente décision
- qu'il soit décrit de façon appropriée sur l'étiquette afin qu'il n'y ait pas, pour le consommateur, possibilité de confusion ou d'erreur.

d) La dépression interne du récipient ne peut être inférieure à 200 mm de mercure. Le liquide de couverture doit recouvrir entièrement le produit.

Titre II - SPECIFICATIONS

Article 4

A) Caractéristiques des matières premières.

a) Les coeurs de palmiers utilisés à la préparation des produits visés par la présente décision doivent être tendres. Les parties fibreuses doivent être éliminées.

Article 5

B) Caractéristiques générales du produit.

Les quantités nominales nettes et nettes égouttées pour les conserves définies au Titre I de la présente décision et pour les récipients les plus usités doivent correspondre aux indications du tableau ci-après :

	Taux de remplissage	BOITES METALLIQUES	RECIPIENTS EN VERRE
Capacité nominale en ml		212 425 850 2650 3100 4250	212 314 370 580 720 850
Poids net total en g		200 400 800 2495 2920 4000	190 280 330 530 660 780
Poids net égoutté en g . Coeurs de palmiers		110 220 500 1560 1825 2505	110 170 205 320 395 485
Autres présentations	59%	125 250 500 1560 1825 2505	110 170 205 320 395 485

Dans le cas de récipient de capacité non prévue dans le tableau ci-dessus, le poids net total est calculé en fonction de la contenance nominale du récipient sur la base de 800 g pour la boîte de 850 ml.

Le poids net égoutté est calculé en fonction de la contenance nominale du récipient sur la base du taux de remplissage ou proportionnellement aux valeurs données pour le format de boîte ou de bocal le plus proche pour les coeurs de palmiers indiqué dans le tableau ci-dessus. Les valeurs obtenues sont arrondies à la plus proche valeur inférieure multiple de 5.

Pour les récipients en verre, la capacité nominale est réduite de 20 ml avant calcul.

En ce qui concerne le contrôle des quantités nettes et nettes égouttées, il est fait appel, par les Agents qui en sont chargés, aux méthodes de contrôle statistiques des préemballages définies par la réglementation en vigueur.

Le contrôle métrologique de la quantité nette égouttée est effectué conformément aux modalités prévues pour le contrôle de la quantité nette, seules les erreurs en moins étant doublées.

DECISION N° 93 - Conserves de Coeurs de Palmiers - 3/4

Titre III - CARACTERES DE QUALITE

Article 6

I - Caractères normaux

a) les coeurs de palmiers doivent présenter une couleur ivoire uniforme caractérisée ; un léger rosissement peut-être toléré

b) le liquide de couverture peut être légèrement trouble sous l'effet de l'addition d'autres ingrédients, et ne doit contenir qu'une petite quantité de sédiment ou de fragments de coeurs de palmiers ou de morceaux de stipe de palmier suivant le cas.

c) les coeurs de palmiers en conserves doivent présenter une saveur et une odeur franches et caractéristiques et être exempts de toute saveur ou odeur étrangères. Pour les coeurs de palmiers préparés avec des ingrédients spéciaux, ces derniers doivent conférer à la préparation, la saveur et l'odeur caractéristiques du produit dont il s'agit.

d) le produit doit être pratiquement exempt d'unités dures ou fibreuses ; il ne doit pas contenir d'unités dures ou ligneuses inconsommables.

e) le contenu de chaque conditionnement doit être homogène en ce qui concerne la longueur.

Pour la présentation "coeurs de palmiers" la boîte de capacité 850 ml doit contenir au moins 5 et au plus 18 unités, et la boîte de capacité 425 ml doit contenir au moins 4 et au plus 12 unités. Dans le cas de récipients de capacité différente, le nombre d'unités est calculé proportionnellement aux valeurs données pour le format le plus proche.

II - Tolérances

A - Définition des défauts :

a) Texture défectueuse : texture dure ou fibreuse et/ou excessivement molle qui nuit gravement à la comestibilité du produit.

b) Unités endommagées : unités présentant des défauts de coloration, des cicatrices ou des écorchures, des abrasions et d'autres imperfections du même ordre qui nuisent gravement à l'apparence du produit.

c) Dommages mécaniques : unités brisées ou fendues, fragments ou morceaux détachés qui nuisent gravement à l'apparence du produit.

d) Défauts physiologiques : dans le cas des modes de présentation "coeurs de palmiers" et "coeurs de palmiers en tranches", unités portant des méristèmes apicaux du stipe de palmier.

B - Tolérances :

DEFAUTS	POURCENTAGE EN MASSE RAPPORTE A LA MASSE TOTALE DU PRODUIT EGOUTTE
A : texture défectueuse	10
B : unités endommagées	10
C : dommages mécaniques	10
D : défauts physiologiques	10
CUMUL	20

DECISION N° 93 - Conserves de Coeurs de Palmiers - 4/4

III - Unités défectueuses :

Un préemballage est considéré comme défectueux si l'un des défauts mentionnés en B est supérieur à la tolérance ou si le cumul des défauts a, b, c, d, est supérieur à 20.

Titre IV - METHODE D'EXAMEN

Article 7

Les prélèvements d'échantillons et l'appréciation des différents caractères visés par la présente décision seront effectués selon les méthodes prescrites par les autorités chargées du contrôle.

Il est précisé qu'en ce qui concerne la détermination du poids et l'appréciation des caractères de qualité, les méthodes à suivre sont celles indiquées en ANNEXE.

C.T.C.P.A.	CONSERVES DE LEGUMES APPERTISES DISPOSITIONS GENERALES	Date : juillet 2001 Mise à jour : indice b
------------	---	---

Dans ce chapitre, il est rappelé les principales exigences réglementaires en matière d'étiquetage, d'additifs, d'hygiène, de métrologie, auxquelles doivent satisfaire les conserves de légumes appertisés et les spécifications applicables à ces dernières.

1 - ETIQUETAGE :

1.1 - Généralités :

Texte de référence : Code de la Consommation Article R 112-7 , R 112-8 et R112-9

« - l'étiquetage et les modalités selon lesquelles il est réalisé ne doivent pas être de nature à créer une confusion dans l'esprit de l'acheteur ou du consommateur, notamment sur les caractéristiques de la denrée alimentaire et plus particulièrement sur la nature, l'identité, les qualités, la composition, la quantité, la durabilité, l'origine ou la provenance, le mode de fabrication ou d'obtention. La mention du lieu d'origine ou de provenance dans l'étiquetage est obligatoire chaque fois que l'omission de cette mention est de nature à créer une confusion dans l'esprit de l'acheteur sur l'origine ou la provenance réelle de la denrée alimentaire »

- l'étiquetage ne doit comporter aucune mention tendant à faire croire que la denrée alimentaire possède des caractéristiques particulières alors que toutes les denrées alimentaires similaires possèdent ces mêmes caractéristiques ».

« - l'étiquetage d'une denrée alimentaire ne doit pas faire référence à des propriétés de prévention de traitement et de guérison d'une maladie humaine ni évoquer ces propriétés ».

« - toutes les mentions d'étiquetage prévues par le présent chapitre doivent être facilement compréhensibles, rédigées en langue française et sans autres abréviations que celles prévues par la réglementation ou les conventions internationales. Elles sont inscrites à un endroit apparent et de manière à être visibles, clairement lisibles et indélébiles. Elles ne doivent en aucune façon être dissimulées, voilées ou séparées par d'autres indications ou images ».

1.2 - Dénomination de vente :

Texte de référence : Code de la Consommation Article R 112-14

Elle comporte le nom du légume avec l'indication s'il y a lieu du mode de présentation et/ou du mode de préparation et du calibre. Ces dénominations de vente sont en accord avec celles définies dans la décision spécifique à chaque légume appertisé.

« Dans tous les cas, la dénomination de vente doit être indépendante de la marque de commerce ou de fabrique ou de la dénomination de fantaisie ».

Les marques commerciales ne doivent pas être de nature à créer une confusion sur la nature et /ou l'origine du produit.

1.3 - Liste des ingrédients :

Texte de référence : Code de la Consommation Article R 112-15

« La liste des ingrédients est constituée par l'énumération de tous les ingrédients de la denrée alimentaire dans l'ordre décroissant de leur importance pondérale au moment de leur mise en oeuvre. »

Les additifs doivent être précédés du nom de leur catégorie.

exemple : pour l'acide ascorbique : « antioxygène : acide ascorbique »
ou « antioxygène : E300 »

Ingrédients concentrés ou secs et reconstitués :

Texte de référence : arrêté du 7/12/84, JORF du 21/12/84, Art. 3

Les ingrédients concentrés ou secs et qui sont reconstitués ou réhydratés pendant la fabrication, y compris pendant le traitement thermique, peuvent être indiqués dans la liste des ingrédients, en fonction de leur importance pondérale après reconstitution ou réhydratation.

Indication quantitative des ingrédients:

Texte de référence : Code de la Consommation Article R 112-17

Leur quantité doit être indiquée lorsque :

**« L'ingrédient ou la catégorie d'ingrédient figure dans la dénomination de vente, »
« L'ingrédient ou la catégorie d'ingrédients est mis en relief dans l'étiquetage par des mots, des images ou une représentation graphique »**

« L'ingrédient ou la catégorie d'ingrédient est essentiel pour caractériser la denrée et la distinguer des produits avec lesquels elle pourrait être confondue en raison de sa dénomination et de son aspect, sauf s'il a été utilisé exclusivement à faible dose comme aromatisant »

Cette quantité doit être indiquée, soit à proximité immédiate de la dénomination de vente, soit dans la liste des ingrédients.

La quantité mentionnée exprimée en pourcentage, correspond à la quantité du ou des ingrédients au moment de leur mise en œuvre.

L'indication de cette quantité n'est pas nécessaire pour l'ingrédient ou la catégorie d'ingrédients dont le poids net égoutté est indiqué dans l'étiquetage.

Commentaires

Pour les mélanges de légumes dont aucun ingrédient n'est mis en relief, l'indication de la quantité des ingrédients n'est pas requise.

Proportion variable :

Texte de référence : arrêté du 7/12/84, JORF du 21/12/84, Art. 3

« Dans le cas de mélanges de fruits ou de légumes ou d'épices et de plantes aromatiques, dont aucun ne prédomine en poids de manière significative, ces ingrédients peuvent être énumérés selon un ordre différent sous réserve que la liste des ingrédients soit accompagnée d'une mention telle que "En proportion variable" ».

Commentaires :

En aucun cas, cette expression ne peut être appliquée pour indiquer que la composition d'une denrée peut varier.

Indication de l'eau :

Texte de référence : arrêté du 7/12/84, JORF du 21/12/84, Art. 3

« L'eau ajoutée est indiquée dans la liste des ingrédients en fonction de son importance pondérale dans le produit fini.

Cependant, si la quantité d'eau ajoutée comme ingrédient dans une denrée alimentaire est déterminée en soustrayant de la quantité totale du produit fini, la quantité totale des autres ingrédients mis en oeuvre, et si cette quantité n'excède pas 5% en poids du produit fini, la mention de l'eau n'est pas requise.

L'indication de l'eau n'est pas non plus exigée lorsque l'eau est utilisée lors du processus de fabrication, uniquement pour permettre la reconstitution dans son état d'origine d'un ingrédient utilisé sous forme concentrée ou déshydratée,

ou lorsqu'elle sert de liquide de couverture qui n'est normalement pas consommé ».

Détermination de la quantité d'eau ajoutée comme ingrédient :

Quantité d'eau ajoutée = quantité totale du produit fini - quantité totale des autres ingrédients mis en oeuvre, y compris les ingrédients reconstitués ou réhydratés.

Ingrédients composés :

Texte de référence : arrêté du 7/12/84, JORF du 21/12/84, Art. 4

« Lorsqu'un ingrédient a été élaboré à partir de plusieurs autres, cet ingrédient composé peut figurer dans la liste des ingrédients sous sa dénomination dans la mesure où celle-ci est prévue par la réglementation ou consacrée par l'usage, à la place correspondante de son importance pondérale globale, à condition d'être immédiatement suivi de l'énumération de ses propres ingrédients.

Cette énumération n'est toutefois pas obligatoire lorsque l'ingrédient composé constitue une denrée pour laquelle la réglementation n'exige pas la liste des ingrédients ou lorsqu'il intervient pour moins de 25% dans le produit fini, les additifs contenus dans l'ingrédient devant cependant toujours être indiqués ».

Ne sont donc pas considérés comme ingrédients :

- les auxiliaires technologiques ;

- les additifs dont la présence dans une denrée alimentaire est uniquement due au fait qu'ils étaient contenus dans un ou plusieurs ingrédients de cette denrée et sous réserve qu'ils ne remplissent plus de fonction technologique dans le produit fini : exemple : produit de pelage, de blanchiment...

Arômes :

*** Texte de référence :**

- Décret n° 91/366 du 11/04/91

- arrêté du 07/12/84 modifié par l'arrêté du 09/07/92, JORF du 17/07/92

L'arôme doit être désigné dans la liste des ingrédients :

- soit sous le terme « arôme(s) » ;**
- soit sous une dénomination plus spécifique ou une description de l'arôme.**

La mention « arôme naturel » est réservée à l'utilisation de substances aromatisantes naturelles ou de préparations aromatisantes issues de matières d'origine végétale ou animale.

1.4 - Indication des quantités nettes :

Texte de référence : arrêté du 20/10/78 modifié

La quantité nominale (masse nominale) est exprimée, en utilisant comme unité de mesure, le kilogramme ou le gramme, le litre, le centilitre ou le millilitre, à l'aide de chiffres d'une hauteur minimale de :

- 6 millimètres, si la quantité nominale est supérieure à 1 000 grammes ou 100 centilitres ,**
- 4 millimètres, si elle est comprise entre 1 000 grammes ou 100 centilitres inclus et 200 grammes ou 20 centilitres exclus ,**
- 3 millimètres, si elle est comprise entre 200 grammes ou 20 centilitres inclus et 50 grammes ou 5 centilitres exclus ,**
- 2 millimètres, si elle est inférieure ou égale à 50 grammes ou 5 centilitres,**

suivis du symbole de l'unité de mesure utilisée ou éventuellement, de son nom.

Le signe **e** ne peut être indiqué qu'à la suite de l'indication de la masse nette (et non de la masse nette égouttée) étant donné que sa présence sur le préemballage certifié, sous la responsabilité de l'emplisseur ou de l'importateur, la conformité aux prescriptions techniques communautaires le concernant.

1.5 - Indication du fabricant ou du responsable de la commercialisation et du responsable du contrôle métrologique :

L'indication du nom ou de la raison sociale et de l'adresse du fabricant ou de l'emplisseur, ou de celui qui fait faire l'emplissage ou de l'importateur est régie par :

- *l'article R112-9 du Code de la Consommation : le responsable de la commercialisation doit être identifié obligatoirement sur l'étiquetage. Ce responsable peut être soit le fabricant, soit le conditionneur, soit un vendeur (qui doit être établi dans l'Union Européenne).*
- *le décret n° 78-166 du 31 janvier 1978 modifié et ses arrêtés d'application relatifs au contrôle métrologique : l'étiquetage doit comporter l'identification en code ou en clair de l'emplisseur, de l'importateur ou de celui qui a fait faire l'emplissage.*

Commentaires :

Ainsi dans l'étiquetage, on doit trouver l'identification du responsable de la commercialisation et l'identification du responsable du contrôle métrologique, s'il est différent. Les modalités d'indication de ces mentions figurent en annexes.

Le code servant à l'identification de l'emplisseur, de l'importateur ou de celui qui a fait faire l'emplissage est constitué de EMB suivi du code officiel géographique correspondant à la commune où ce dernier est établi. Ce code est obtenu par demande auprès de la Direction Départementale de la Concurrence, de la Consommation et de la Répression des Fraudes localement compétente.

Lorsque dans une même commune, deux professionnels au moins exercent la même activité, ce code sera complété par une ou plusieurs lettres indiquées par cette Direction.

1.6 - Date limite d'utilisation optimale :

Texte de référence : Article R112-22 du code de la Consommation

Elle doit obligatoirement figurer en clair parmi les mentions d'étiquetage et peut être indiquée :

a) soit SUR L'ETIQUETTE ou IMPRESSION sous la forme :

"à consommer de préférence avant..." lorsqu'elle comporte l'indication du jour, du mois et de l'année

"à consommer de préférence avant fin..." dans les autres cas

b) soit SUR LE RECIPIENT, l'étiquette indiquant alors :

***"à consommer de préférence avant la date figurant sur..."
suivi de l'indication de l'endroit où elle figure (exemples : couvercle, fond...).***

Dans ce cas, il convient de s'assurer de la parfaite lisibilité du marquage.

1.7 - Identification du lot de fabrication

Textes de référence : Article R112-27 du code de la Consommation et arrêté du 7 décembre 1984, modifié par l'arrêté du 8 mars 1991 - JORF 19/3/91

Le lot de fabrication est indiqué par une référence qui est propre à l'entreprise. Dans ce cas, cette référence doit être précédée de la lettre L.

L'indication en clair et dans l'ordre du jour, du mois et de l'année, de la date limite d'utilisation optimale (DLUO), sur le récipient, peut se substituer à l'indication du lot.

IMPORTANT : les points 1-2, 1-4 et 1-6 doivent figurer dans le même champ visuel.

2 - ADDITIFS :

Textes de référence : arrêté du 02/10/97

Pour les conserves de légumes appertisées seuls les additifs suivants sont autorisés.

ADDITIFS	N°CE	CATEGORIE	DOSE D'EMPLOI
Acide acétique	E260	Acidifiant	Quantum satis
Acétate de potassium	E 261	Acidifiant	Quantum satis
Acétate de sodium	E262	Acidifiant	Quantum satis
Acétate de calcium	E 263	Acidifiant	Quantum satis
Acide lactique	E 270	Acidifiant	Quantum satis
Lactate de sodium	E 325	Acidifiant	Quantum satis
Lactate de potassium	E 326	Acidifiant	Quantum satis
Lactate de calcium	E 327	Acidifiant	Quantum satis
Acide citrique	E 330	Acidifiant	Quantum satis
Citrates de sodium	E 331	Acidifiant	Quantum satis

ADDITIFS	N°CE	CATEGORIE	DOSE D'EMPLOI
Citrates de potassium	E 332	Acidifiant	Quantum satis
Citrates de calcium	E 333	Acidifiant	Quantum satis
Acide tartrique	E 334	Acidifiant	Quantum satis
Tartrates de sodium	E 335	Acidifiant	Quantum satis
Tartrates de potassium	E 336	Acidifiant	Quantum satis
Tartrate double de sodium et de potassium	E 337	Acidifiant	Quantum satis
Glucono-delta-lactone	E 575	Acidifiant	Quantum satis
Acide ascorbique	E 300	Antioxygène	Quantum satis
Ascorbate de sodium	E 301	Antioxygène	Quantum satis
Ascorbate de calcium	E 302	Antioxygène	Quantum satis
Chlorure de calcium	E 509	Affermissant	Quantum satis
Anhydride sulfureux Sulfite de sodium Sulfite acide de sodium Disulfite de sodium Disulfite de potassium Sulfite de calcium Sulfite acide de calcium Sulfite acide de potassium	E 220 E 221 E 222 E 223 E 224 E 226 E 227 E 228	Conservateur	Champignons=50 mg/kg Pommes de terre=100 mg/kg Légumes blancs=50 mg/kg Quantité maximale exprimée en SO ₂

ADDITIFS	N°CE	CATEGORIE	DOSE D'EMPLOI
EDTA	E 385	Séquestrant	Champignons, légumes, légumineuses et artichauts = 250 mg/kg
Chlorure d'étain	E 512	Stabilisant	Asperges blanches = 25 mg/kg
Diméthylpolysiloxane	E 900	Antimoussant	10 mg/kg

3 - HYGIENE

Les règles d'hygiène applicables aux conserves de légumes appertisés sont celles fixées par l'arrêté du 28 mai 1997 relatif aux règles d'hygiène applicables à certains aliments et préparations alimentaires destinés à l'alimentation humaine (JORF du 1/06/1997).

4- CONTROLES

4.1 - CONTROLE METROLOGIQUE :

4.1-1 - Contrôle de la masse nette :

Le contrôle métrologique des masses nettes (poids nets), doit être conforme au décret n° 78-166 du 31 janvier 1978 modifié (JORF des 16/02/1978, 16/12/1978, et 24/01/1990) et à l'arrêté d'application du 20/10/1978 modifié (J.O. des 22/11/1978, 01/03/1980, 29/07/1990 et 01/04/1993).

4.1-2 - Contrôle de la masse nette égouttée :

Concernant le contrôle métrologique de la masse nette égouttée, il est recommandé d'utiliser le plan d'échantillonnage et les critères d'acceptabilité qui suivent¹ :

Pour les lots d'effectifs supérieurs à 100, le contrôle est effectué sur 20 préemballages prélevés au hasard dans un lot.

Le lot est déclaré conforme s'il est accepté pour les deux contrôles suivants :

- la moyenne (\bar{x}) des mesures faites pour chaque préemballage est supérieure ou égale à la masse nette égouttée nominale Q_n (poids nets égouttés spécifiés dans les décisions) diminuée de 0,64 fois l'écart type estimé

$$\bar{x} \geq Q_n - 0,64 s.$$

- il n'y a pas plus d'un préemballage sur les 20 préemballages contrôlés ayant une masse nette égouttée inférieure à la masse nette nominale diminuée de l'erreur calculée dans le tableau ci-après.

¹ La méthode utilisée est celle prévue pour le contrôle de la masse nette (décret du 31.01.78 modifié).

Ecart toléré en fonction de la masse nette égouttée nominale :

Q_n Masse nette égouttée nominale (en grammes)	ECART MAXIMAL TOLERE EN MOINS	
	en % de Q_n	en grammes
5 à 50	18	-
50 à 100	-	9
100 à 200	9	-
200 à 300	-	18
300 à 500	6	-
500 à 1000	-	30
1000 à 10000	3	-

4.2 - Contrôle des spécifications qualitatives :

Le plan mentionné ci-dessous sera utilisé par les agents chargés du contrôle et lors d'expertises de lots faisant l'objet de litiges.

D'autres plans de contrôles peuvent être adoptés par les fabricants pour leur autocontrôle.

Pour les lots de taille inférieure ou égale à 35 000 individus, pour le contrôle des spécifications qualitatives énumérées dans les décisions définissant chaque produit, le plan d'échantillonnage retenu est :

Nombre d'échantillons prélevés	Acceptation du lot	Refus du lot
20	3 défectueux	4 défectueux

4.3-Contrôle des spécifications quantitatives (mélanges de légumes)

Les différents pourcentages de légumes doivent être respectés en moyenne lorsque l'examen est effectué sur au moins dix préemballages

IDENTIFICATION DES ENTREPRISES DANS L'ETIQUETAGE DES PREEMBALLAGES A QUANTITE NOMINALE CONSTANTE

Les tableaux se lisent de la façon suivante :

- repérer, dans la colonne « Responsable de la Commercialisation », à quelle situation correspond l'entreprise (le responsable de la commercialisation est-il le conditionneur, le fabricant ou le vendeur ? S'il est le vendeur, fait-il ou non faire l'emplissage ? ...)
- ensuite, déterminer celui qui est responsable du contrôle métrologique (soit le conditionneur, soit celui qui fait l'emplissage (le fabricant, le vendeur) ...)

L'intersection de la ligne correspondant au responsable de la commercialisation et de la colonne correspondant au responsable du contrôle métrologique donne les mentions devant figurer sur l'étiquetage.

Conditionnement dans un pays de la CEE

Responsable de la commercialisation selon le Décret étiquetage	Responsable du contrôle métrologique selon le Décret Métrologie					
	Conditionneur		Faire faire l'emplissage			
			Fabricant	Vendeur		Autre
	Etabli en France	Etabli dans autres CEE	Etabli dans la CEE	Etabli dans la CEE	Etabli en France	Etabli dans autres CEE
Conditionneur	Etabli dans la CEE		Adresse conditionneur			
Fabricant – fait faire l'emplissage	Etabli dans la CEE		Adresse fabricant + Identification conditionneur		Adresse fabricant	
	Etabli hors CEE		Adresse fabricant + Identification conditionneur			
Vendeur établi dans la CEE	Fait faire l'emplissage		Adresse vendeur + Identification conditionneur		Adresse vendeur	
	Ne fait pas faire l'emplissage		Adresse vendeur + Identification conditionneur			Adresse vendeur + Identification de celui qui fait faire l'emplissage
Mention devant figurer sur l'étiquetage						

Conditionnement : celui qui ferme l'emballage

Fabricant : lorsqu'il fait faire l'emplissage, il le fait par exemple à sa propre marque (marque industrielle)

Vendeur : lorsqu'il fait faire l'emplissage, il le fait par exemple à la marque distributeur

CONDITIONNEMENT HORS DE LA CEE

Responsable de la commercialisation selon le Décret Etiquetage		Responsable du contrôle métrologique selon le décret Métrologie
		Importateur obligatoirement établi dans la CEE
Conditionneur	Etabli hors CEE	Adresse conditionneur + Identification importateur
Fabricant	Etabli hors CEE	Adresse fabricant + Identification importateur
Vendeur ou fabricant établi dans la CEE	Importateur	Adresse importateur
	Non importateur	Adresse vendeur (ou fabricant) + Identification importateur

QUANTITES NETTES EGOUTTEES EN GRAMMES DES CONSERVES DE LEGUMES APPERTISEES

Capacité nominale en ml	Taux de remplissage en %	BOITES METALLIQUES						RECIPIENTS EN VERRE					
		212	425	850	2650	3100	4250	212	314	370	580	720	850
Artichauts													
. Coeurs	56,5	115	240	480	1495	1750	2400	105	165	195	305	380	465
. Fonds	49,5	105	210	420	1310	1530	2100	95	145	170	265	330	410
Betteraves rouges													
. en tranches	56,5	115	240	480	1495	1750	2400	105	165	195	305	380	465
. entières et en dés	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
Carottes													
. entières													
0 >22 mm	56,5	115	240	480	1495	1750	2400	105	165	195	305	380	465
0 <22 mm	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
. en tranches	56,5	115	240	480	1495	1750	2400	105	165	195	305	380	465
. en lanières	52	110	220	440	1375	1610	2210	100	150	180	280	345	430
. en dés	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
Céleris													
. Coeurs	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
. garniture	59	125	250	500	1560	1825	2505	110	170	205	320	395	485
. en lanières	52	110	220	440	1375	1610	2210	100	150	180	280	345	430
Choux de Bruxelles	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
Choux-fleurs	59	125	250	500	1560	1825	2505	110	170	205	320	395	485
Endives	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
Epinards													
. en branches	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
. hachés (1)	94	195	395	795	2490	2910	3995	180	275	325	525	655	780
Flageolets	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
Haricots secs trempés													
long. <15mm	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
15 mm ≤ <25mm	59	125	250	500	1560	1825	2505	110	170	205	320	395	485
>25mm	54	110	225	455	1430	1670	2295	100	155	185	290	360	445


(1) pour les épinards hachés ou en purée il s'agit de la qualité nette totale.

QUANTITES NETTES EGOUTTEES EN GRAMMES DES CONSERVES DE LEGUMES APPERTISEES

Capacité nominale en ml	Taux de remplissage en %	BOITES METALLIQUES						RECIPIENTS EN VERRE					
		212	425	850	2650	3100	4250	212	314	370	580	720	850
<i>Haricots verts et beurre</i>													
. entiers	52	110	220	440	1375	1610	2210	100	150	180	280	345	430
. coupés	54	110	225	455	1430	1670	2295	100	155	185	290	360	445
. coupés en long	49,5	105	210	420	1310	1530	2100	95	145	170	265	330	410
<i>Coeurs de laitues</i>	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
<i>Légumineuses autres que haricots</i>	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
<i>Macédoine de légumes</i>	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
<i>Maïs doux en grains</i>													
. avec liquide de couverture	66	140	280	560	1745	2045	2805	125	190	230	360	445	545
. sous vide	67	140	285	570	1775	2080	2845	125	195	235	365	450	555
<i>Coeurs de palmiers</i>		110	220	500	1560	1825	2505	110	170	205	320	395	485
. Autres présentations	59	125	250	500	1560	1825	2505	110	170	205	320	395	485
<i>Petits pois</i>													
. EF - TF - F	66	140	280	560	1745	2045	2805	125	190	230	360	445	545
. MF - M - NC	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
<i>Pois et carottes</i>	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
<i>Poireaux</i>	59	125	250	500	1560	1825	2505	110	170	205	320	395	485
<i>Pommes de terre</i>													
. entières	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
. coupées	66	140	280	560	1745	2045	2805	125	190	230	360	445	545
. Salsifis rangés	62,5	130	265	530	1655	1935	2655	120	180	215	340	420	515
. Salsifis, salsifis coupés et petites coupes	59	125	250	500	1560	1825	2505	110	170	205	320	395	485

**QUANTITES NETTES EGOUTTEES EN GRAMMES
DES CONSERVES DE LEGUMES APPERTISEES**

Capacité nominale en ml	Taux de rem- plissage en %	BOITES METALLIQUES							RECIPIENTS EN VERRE					
		212	340	425	525	850	920	1190	212	314	370	580	720	850
Asperges														
- asperges blanches	59 %	125	200	250		500		700	110	170	205	320	395	485
- asperges blanches petites et moyennes en récipients rectan- gulaires verticaux	70%				365		640							
- asperges blanches grosses, très grosses, extra grosses, en récipients rectan- gulaires verticaux	67%				350		615							
- asperges vertes	54%	110	180	225		455		640	100	155	185	290	360	445

	DETERMINATION DES QUANTITES NETTES ET NETTES EGOUTTEES DES CONSERVES DE LEGUMES APPERTISES	Fiche : N° 1 Date : Mars 2001 Mise à jour : indice b
---	---	--

1 - MODE OPERATOIRE :

La température du produit est ramenée à 20°C ± 5°C. Les mesures sont effectuées à température ambiante du laboratoire.

Peser le récipient avant ouverture (Pb), l'ouvrir*, verser le contenu sur un tamis plat à mailles carrées de 2,5 mm (épaisseur du fil 0,85 mm selon norme ISO 3310/1) préalablement taré. Le diamètre de ce tamis sera de 20 cm pour les récipients de capacité inférieure ou égale à 850 ml et de 30 cm pour les récipients de capacité supérieure à 850 ml.

Incliner le tamis d'environ 20° par rapport à l'horizontale pour faciliter l'égouttage.

Egoutter 2 minutes à partir du moment où le produit est sur le tamis.

Peser le tamis et son contenu (Pe 2).

Rincer le récipient vide et son couvercle, les sécher puis les peser (Pr).

La masse nette = Pb - Pr

La masse nette égouttée = Pe2 - Pe1

Pe1 = la masse du tamis

Toutes les masses sont déterminées avec une précision de 1 g.

*Les boîtes à ouverture facile doivent être ouvertes coté fond opposé à l'ouverture facile afin d'éviter d'abîmer le contenu lors du transvasement .

2 - CAS PARTICULIERS :

Mode opératoire applicable aux conserves de flageolets et de légumineuses et aux produits dont le liquide de couverture est pris en empois.

Après avoir versé le contenu du récipient sur le tamis comme indiqué ci-dessus, recouvrir ce dernier d'un autre tamis de même caractéristique ou d'une grille adéquate. Immerger complètement le tamis ainsi recouvert dans une grande quantité d'eau à 20°C ±5, 2 fois 10 secondes. Séparer les deux tamis ou enlever la grille. Incliner le tamis inférieur d'environ 20° par rapport à l'horizontale puis procéder comme en 1.

	DETERMINATION PONDERALE DES ELEMENTS DEFECTUEUX	Fiche : N° 2 Date : Mars 1995 Mise à jour : Indice a
---	--	---

- MODE OPERATOIRE :

Après égouttage et détermination de la masse nette égouttée (voir Fiche 1) séparer les éléments défectueux en les classant par catégorie tel que définis dans les différentes décisions. Les peser à 0,1 g près.

Calculer les pourcentages par rapport à la masse nette égouttée mesurée.

	MESURES DIMENSIONNELLES	Fiche : N° 3 Date : Mars 2001 Mise à jour : Indice b
---	--------------------------------	---


- MODE OPERATOIRE :

Les mesures dimensionnelles (longueur, épaisseur, diamètre) sont effectuées à l'aide d'un pied à coulisse au 1/10ème de millimètre.

Les mesures doivent être effectuées de telle façon que le pied à coulisse ne marque pas, ni n'écrase les légumes ou la partie de légume à mesurer.

Le calibre des haricots verts ou beurre doit être mesuré entre les deux lignes de suture.

Le calibre des salsifis doit être mesuré à la partie la plus étroite du morceau ou du tronçon.

	DETERMINATION DU POURCENTAGE DE LIQUIDE D'EGOUTTAGE POUR LES EPINARDS HACHES OU EN PUREE	Fiche : N° 4 Date : Mars 1995 Mise à jour : Indice a
---	---	---

- MODE OPERATOIRE :

La température du produit est ramenée à 20°C \pm 5.

Les mesures sont effectuées à température ambiante du laboratoire.

Peser le récipient avant ouverture (Pb), l'ouvrir, verser le contenu sur un tamis plat à mailles carrées de 1 mm préalablement taré. Le diamètre de ce tamis sera de 20 cm pour les récipients de capacité inférieure ou égale à 850 ml et de 30 cm pour les récipients de capacité supérieure à 850 ml.

Incliner le tamis d'environ 20° par rapport à l'horizontale pour faciliter l'égouttage.

Egoutter 5 minutes à partir du moment où le produit est sur le tamis.

Peser le tamis et son contenu (Pe2).

Pe1 = la masse du tamis.

Rincer le récipient vide et son couvercle, les sécher puis les peser (Pr).

Le pourcentage de liquide d'égouttage (LE) est calculé comme suit :

$$LE\% = \frac{(Pb - Pr) - (Pe_2 - Pe_1)}{Pb - Pr} \times 100$$

Toutes les masses sont déterminées avec une précision de 1 g.

	DETERMINATION DU POURCENTAGE DE HARICOTS FILANDREUX	Fiche : N° 5 Date : Mars 1995 Mise à jour : indice a
---	--	---

- MODE OPERATOIRE :

Le pourcentage de haricots filandreux est déterminé sur la masse nette égouttée totale contenue dans le préemballage, pour les récipients de capacité inférieure ou égale à 850 ml.

Pour les récipients de capacité supérieure à 850 ml, l'analyse se fera sur 500 g de haricots égouttés.

Briser par le milieu chaque haricot entre deux doigts.

Ne conserver que les haricots où apparaît un fil dur résistant à la traction, d'une longueur supérieure à 3 cm.

Peser les haricots filandreux à 0,1 g près.

Calculer le pourcentage de haricots filandreux par rapport à la masse nette égouttée mesurée ou par rapport à la masse prélevée (500 g).

	MESURE DE LA DEPRESSION INTERNE DANS LES CONSERVES DE LEGUMES APPERTISES	Fiche : N° 6 Date : Mars 1995 Mise à jour : Indice a
---	---	---

1 - PRINCIPE :

La mesure de la dépression interne s'effectue à l'aide d'un vacuomètre muni d'un perforateur.

2 - APPAREILLAGE :

- Vacuomètre ou Manomètre à vide métallique de type "Bourdon" mesurant les dépressions par rapport à l'atmosphère gradué en millibars dont l'échelle de lecture permet d'apprécier 25 millibars, muni d'un embout perforateur à ventouse permettant la prise directe de la dépression dans l'emballage.
- Vacuomètre électronique ou tout autre appareil permettant la mesure de la dépression par rapport à l'atmosphère, de précision équivalente muni d'un embout perforateur à ventouse.

3 - MODE OPERATOIRE :

Positionner le perforateur sur une partie plane de l'emballage (fond des boîtes, couvercle de bocal), pour avoir le meilleur contact avec la ventouse. Appuyer fermement sans à coup le perforateur pour que la pointe fixée dans la ventouse perce l'emballage. Lire aussitôt la valeur affichée sur le vacuomètre en maintenant un appui ferme.

Après chaque mesure, la pointe doit être essuyée pour éviter toute obstruction de la tubulure reliée ou soudée au vacuomètre.

	DETERMINATION DE LA TENEUR EN MATIERES GRASSES	Fiche : N° 7 Date : Mars 1995 Mise à jour : Indice a
---	---	--

1 - PRINCIPE :

Extraction de l'échantillon séché par du n hexane ou de l'éther de pétrole. Elimination du solvant par évaporation, séchage du résidu sec puis pesée après refroidissement.

2 - APPAREILLAGE :

- broyeur homogénéiseur à hélice
- appareil d'extraction continu de type Soxhlet ou similaire
- cartouche d'extraction
- étuve à $104^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$
- dessiccateur garni d'un déshydratant efficace
- balance analytique

3 - REACTIF :

- n hexane ou éther de pétrole 40-65
- sulfate de sodium anhydre

4 - MODE OPERATOIRE :

Sécher pendant une heure à l'étuve réglée à $104^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ la fiole de l'appareil d'extraction. Laisser refroidir la fiole jusqu'à la température ambiante dans le dessiccateur et peser à 1 mg près (soit Mo cette masse).

Broyer et homogénéiser la totalité du produit (légumes + liquide de couverture ou sauce) contenu dans le préemballage afin d'obtenir une pâte lisse. Dans un bécher de 100 ml peser exactement 10 g environ, à 1 mg près, du produit homogénéisé. Ajouter en mélangeant à l'aide d'un agitateur, du sulfate de sodium anhydre jusqu'à obtention d'une masse sèche se détachant facilement des parois du bécher. Transvaser cette

masse sèche de façon quantitative dans la cartouche d'extraction. Mettre la cartouche dans l'appareil d'extraction.

Verser dans la fiole de l'appareil d'extraction un volume de solvant d'extraction égal à 1,5 à 2 fois la capacité du tube intérieur de l'appareil.

Ajuster le ballon à l'appareil d'extraction.

Chauffer la fiole au bain-marie ou sur un appareil similaire approprié pendant quelques heures selon la vitesse d'extraction et l'appareil utilisé (4 heures en général).

Après extraction le solvant est éliminé totalement. Evaporer les dernières traces au bain marie.

Sécher la fiole pendant une heure à $104^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ et après refroidissement à la température ambiante dans le dessiccateur.

Peser à 1 mg près (soit M_1 cette masse).

Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon préparé.

EXPRESSION DES RESULTATS :

La teneur en matières grasses en pour cent en masse de l'échantillon est égale à

$$(M_1 - M_0) \times \frac{100}{E}$$

M_0 masse en grammes de la fiole

M_1 Masse en grammes de la fiole et de la matière grasse après séchage

E Masse en grammes de la prise d'essai

Exprimer le résultat avec une seule décimale.

Répétabilité :

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre ne doit pas être supérieure à 0,5 g de matière grasse pour 100 g d'échantillon.

	DETERMINATION DE LA TENEUR EN IMPURETES MINERALES SABLES - GRAVIERS	Fiche : N° 8 Date : Mars 1995 Mise à jour : indice a
---	--	--

❶ - PREPARATION DE L'ECHANTILLON :

Homogénéiser l'ensemble des légumes égouttés après la détermination de la masse nette égouttée pour les préemballages de volume inférieur ou égal à 850 ml.

Pour les préemballages de volume supérieur, prélever 500 g de la masse nette égouttée et l'homogénéiser.

CAS PARTICULIER DES EPINARDS HACHES OU EN PUREE :

Pour les préemballages de volume inférieur ou égal à 850 ml, homogénéiser entièrement leur contenu. Pour les préemballages de volume supérieur, mélanger soigneusement avec un agitateur tout le contenu. Peser 500 g de produit et les homogénéiser dans un homogénéisateur à hélice.

❷ - MODE OPERATOIRE :

Peser exactement à 0,5 g près la totalité du produit homogénéisé en ❶, puis suivre le mode opératoire de la norme NFV05103 13/07/62 Détermination de la teneur en impuretés minérales d'origine terreuse.

② - REACTIFS :

Tous les réactifs utilisés doivent être de pureté analytique reconnue, l'eau utilisée doit être bidistillée.

- Solution tampon citrate pH 4,6 :

- . acide citrique 1 H₂O 6,9 g
- . citrate trisodique 2 H₂O 9,1 g
- ajouter environ 150 ml d'eau distillée, mélanger
- . ajouter une solution de soude à 0,2 mole/litre jusqu'à pH 4,6.
- . eau distillée QS 200 ml

La solution est stable un an à +4°C.

- Solution de β-fructosidase :

- . β-fructosidase 10 mg
- . eau bidistillée 2 ml

La solution est stable une semaine à +4°C.

- Solution tampon triéthanolamine pH 7,6 :

- . chlorhydrate de triéthanolamine 14,0 g
- . sulfate de magnésium (SO₄ Mg 7H₂O) 0,25 g
- ajouter environ 80 ml d'eau bidistillée, mélanger,
- . solution de soude à 5 moles/litre environ 5 ml
- (le pH doit être ajusté à 7,6 avec la soude)
- . eau bidistillée Q S 100 ml

Cette solution est stable 4 semaines à +4°C.

- **Solution de nicotinamide-adénine-dinucléotide-phosphate (NADP) :**

. NADP Na ₂ H	60 mg
. eau bidistillée	6 ml

Cette solution est stable 4 semaines à +4°C

- **Solution d'adénosine 5' -triphosphate (ATP) :**

. ATP Na ₂ H ₂	300 mg
. carbonate acide de sodium (NaHCO ₃)	300 mg
. eau bidistillée	6 ml

Cette solution est stable 4 semaines à +4°C.

- **Solution d'hexokinase/glucose-6-phosphate déshydrogénase (HK/G6P - DH) :**

Utiliser la suspension (2 mg de HK/ml, 1 mg de G6P-DH/ml) sans dilution.

Cette suspension est stable un an à + 4°C.

- **solution étalon de glucose :** contenant 1 g/l de glucose

- **solution étalon de saccharose :** contenant 1 g/l de saccharose

③ - APPAREILLAGE :

Matériel courant de laboratoire et notamment

- homogénéiseur de laboratoire.

3.1 - **Pipettes et micro-pipettes** permettant de délivrer 0,02 ; 0,1 ; 0,2 ; 1 ; 1,7 ; 1,8 ; 1,9 ml et 10 ml **NF B 35-305**

3.2 - **Spectrophotomètre** permettant des mesures à 340 nm et muni de cuves de 1 cm de trajet optique. Il est possible d'utiliser des cuves à usage unique.

Photocolorimètre à filtre permettant une mesure à 334 ou 365 nm.

3.3 - Balance analytique.

4 - MODE OPERATOIRE

4.1 - Préparation de l'échantillon

- échantillons liquides

Utiliser pour l'essai des solutions claires incolores ou légèrement colorées directement ou après dilution si nécessaire. Filtrer les solutions troubles ou clarifier les avec les réactifs de Carrez.

- échantillons solides

Broyer les échantillons solides ou pâteux (fruits, légumes, confitures...) avec un mixer, un hachoir. Peser l'échantillon bien homogénéisé, extraire à l'eau (chauffer à 60°C si nécessaire). Transférer quantitativement dans une fiole jaugée, ajuster. Filtrer. Utiliser la solution limpide éventuellement diluée comme essai.

4.2 - Essai étalon

Pour chacune des déterminations, effectuer un essai étalon dans les mêmes conditions que les essais respectifs (4.4 et 4.5) mais en remplaçant la prise d'essai par 0,1 ml de solution étalon de saccharose (3.8) ou de glucose (3.9) ou de fructose (3.10).

4.3 - Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions que la détermination du saccharose mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau.

4.4 - Détermination du glucose et du saccharose

Les réactions enzymatiques se font directement dans les cuves de lecture du spectrophotomètre.

- mesurer la densité optique à une longueur d'onde de 334, 340 ou 365 nm dans une cuve de 1 cm d'épaisseur, à une température constante entre 20 à 25°C, en ajustant le zéro soit sur l'air (pas de cuve sur le trajet optique), soit sur une cuve remplie d'eau distillée.

- introduire dans des cuves :

	Témoin	Dosage direct	Dosage après hydrol.
. solution tampon citrate	0,20 ml	rien	0,20 ml
. solution à doser ou solution étalon	rien	0,10 ml	0,10 ml
. solution de β -fructosidase	0,02 ml	rien	0,02 ml

mélanger, conserver les cuves à une température de 20 à 25°C pendant 15 minutes, ajouter :

. solution tampon triéthanolamine	1,00 ml	1,00 ml	1,00 ml
. eau bidistillée	1,70 ml	1,82 ml	1,60 ml
. solution de NADP	0,10 ml	0,10 ml	0,10 ml
. solution d'ATP	0,10 ml	0,10 ml	0,10 ml

Mélanger, lire la densité optique des solutions (E_1) au bout de 3 minutes environ. Démarrer la réaction enzymatique par addition de :

. solution de HK/G6P-DH	0,02 ml	0,02 ml	0,02 ml
-------------------------	---------	---------	---------

Mélanger, attendre la fin de la réaction (environ 10 à 15 minutes) et mesurer la densité optique des solutions (E_2). Si la réaction n'est pas terminée au bout de 15 minutes, continuer à lire les densités optiques de 5 minutes en 5 minutes jusqu'à ce que l'augmentation soit constante.

Si l'on observe des augmentations d'extinctions constantes, extrapoler au temps d'addition de la HK/G6P-DH.

Calculer les différences d'extinction ($E_2 - E_1$) du témoin et du dosage.

Déduire la différence d'extinction du témoin de celle du dosage

$$\Delta E = \Delta E_d - \Delta E_t = (E_2 - E_1)_{\text{dosage}} - (E_2 - E_1)_{\text{témoin}}$$

et ce, avant et après hydrolyse.

5 - EXPRESSION DES RESULTATS

La formule générale pour le calcul des concentrations est la suivante :

$$C \text{ en g/L} = \frac{V \times PM}{\epsilon \times d \times v \times 1000} \times \Delta E$$

dans laquelle :

V est le volume total dans la cuve, 3,14 ml

v est le volume de la prise d'essai

PM est le poids moléculaire de la substance à doser

d est l'épaisseur de la cuve en cm (1 cm)

ϵ est le coefficient d'extinction du NADPH, 6,3 pour 340 nm, 3,5 pour 365 nm, 6,18 pour 334 nm.

On obtient ainsi pour le glucose :


$$\begin{aligned} C \text{ en g/L} &= \frac{3,14 \times 180,16}{\epsilon \times 1 \times 0,1 \times 1000} \times \Delta E \text{ glucose avant hydrolyse} \\ &= 5,657 \times \frac{\Delta E}{\epsilon} \end{aligned}$$

et pour le saccharose :

$$\begin{aligned} C \text{ en g/L} &= \frac{3,14 \times 342,3}{\epsilon \times 1 \times 0,1 \times 1000} \times (\Delta E \text{ glucose total} - \Delta E \text{ glucose avant hydrolyse}) \\ &= 10,75 \times \frac{\Delta E \text{ glu. tot.} - \Delta E \text{ glu. av. hyd.}}{\epsilon} \end{aligned}$$

Si une dilution a été effectuée lors de la préparation de l'échantillon, multiplier le résultat par le facteur de dilution F.

La quantité de saccharose et de glucose dans la cuve doit être comprise entre 5 et 150 μg (mesure à 365 nm) ou 5 à 80 μg (mesure à 340 ou 334 nm). Diluer la solution à doser de manière à ce que la concentration en sucre soit comprise entre 0,05 et 1,5 g/l ou entre 0,05 et 0,8 g/l.

	DOSAGE DES SUCRES METHODE PAR HPLC	Fiche : N° 10 Date : Mars 1995 Mise à jour : Indice a
---	---	--

1 - PRINCIPE :

Détermination des mono et disaccharides dans les liquides de couverture de certains légumes par chromatographie liquide haute performance (HPLC) et détection réfractométrique. L'identification des sucres repose sur le temps de rétention et l'analyse quantitative sur un étalonnage externe utilisant la surface ou la hauteur des pics.

2 - REACTIFS :

Pendant l'analyse, sauf spécifications contraires, n'utiliser que des réactifs de teneur analytique connue et de l'eau ayant une classe de pureté de minimum 3, conformément à la norme ISO 3696.

2.1 - Acetonitrile pour analyse HPLC

2.2 - Solutions étalons de sucres

2.2.1 - Solution étalon de glucose et de fructose

Peser au milligramme près dans le même becher environ 500 mg de fructose et 500 mg de glucose. Les dissoudre dans de l'eau. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajuster le volume à 100 ml. La solution se conserve 10 jours au maximum à + 4°C environ.

2.2.2 - Solution étalon de saccharose

Peser au milligramme près dans un becher environ 500 mg de saccharose. Le dissoudre dans de l'eau. Transvaser dans une fiole de 100 ml, ajuster le volume à 100 ml. La solution se conserve 10 j au maximum à + 4°C environ.

③ - APPAREILLAGE :

Appareillage courant de laboratoire et en particulier :

3.1 - Système de filtration permettant de filtrer le jus ou le liquide de couverture avec un filtre de 0,45 µm de porosité. Par exemple il pourra être utilisé un système de filtre à monter sur seringue.

3.2 - Filtre à membrane compatible avec la solution d'élution de pore $\leq 0,45 \mu\text{m}$

3.3 - Ensemble de chromatographie liquide, comprenant une pompe, un injecteur d'échantillon, un détecteur réfractométrique.

3.4 - Colonne de séparation : colonne de silice greffée NH_2

④ - MODE OPERATOIRE :

4.1 - Préparation de l'échantillon :

Peser à 1 mg près 10 g environ de jus ou de liquide de couverture. Transvaser cette prise d'échantillon dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer et compléter à 100 ml avec de l'eau.

Filtrer la solution obtenue sur le filtre 3.2.

4.2 - Dosage :

Injecter la solution filtrée (4.1) dans le système chromatographique.

Conditions chromatographiques :

- Phase mobile : Acétonitrile/eau (80/20 V/V)
- Débit 1,2 ml/min.
- Température de la colonne : environ 30°C
- Détecteur réfractomètre
- Colonne (3.4)

Le dosage est effectué par la méthode d'étalonnage externe.

Intégrer les surfaces des pics ou déterminer leur hauteur et déterminer les concentrations en sucre par rapport aux étalons.

Une autre méthode consiste à faire une courbe d'étalonnage.

5 - MODE DE CALCUL :

Calculer en grammes pour 100 g d'échantillon, la concentration en fructose, glucose, saccharose à partir de l'équation suivante :

$$p \% = \frac{A_1 V_1 m_1}{A_2 V_2 m_0} \times 100$$

ou A_1 est la surface ou la hauteur du pic pour le fructose, le glucose ou le saccharose de la solution pour essai (4.1) exprimée en unité de surface ou de longueur.

A_2 est la surface ou la hauteur du pic pour le fructose, le glucose ou le saccharose de la solution étalon (2.2) exprimée en unité de surface ou de longueur.

V_1 est le volume total exprimé en millilitre de la solution (4,1) pour essai.

V_2 est le volume total exprimé en millilitre de la solution étalon 2.2.

m_1 est la masse exprimée en grammes respectivement de fructose, de glucose et de saccharose contenues dans V_2 .

m_0 est la masse initiale de l'échantillon exprimée en gramme