



FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS  
ORGANISATION DES NATIONS UNIES POUR L'ALIMENTATION ET L'AGRICULTURE  
ORGANIZACION DE LAS NACIONES UNIDAS PARA LA AGRICULTURA Y LA ALIMENTACION  
00100 Rome, Via delle Terme di Caracalla. Cables: FOODAGRI, Rome. Tél. 5797



WORLD HEALTH ORGANIZATION  
ORGANISATION MONDIALE DE LA SANTÉ  
1211 Genève, 27 Avenue Appia. Câbles: UNISANTÉ, Genève. Tél. 34 60 61

ALINORM 74/23

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES  
COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS  
Dixième session, Rome 1974

RAPPORT DE LA HUITIEME SESSION DU  
COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE  
Budapest, 3-7 septembre 1973

F

INTRODUCTION

1. La huitième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage s'est tenue à Budapest du 3 au 7 septembre 1973, à l'aimable invitation du Gouvernement de la Hongrie. Les débats ont été présidés par M. A. Miklovicz, Président du Comité hongrois du Codex. La session a été ouverte par M. K. Karcsai, Secrétaire général du Comité national hongrois de la FAO, qui a souhaité la bienvenue aux participants et a souligné l'importance de se mettre d'accord sur des méthodes appropriées d'analyse et d'échantillonnage dans le cadre de la normalisation internationale des denrées alimentaires. Etaient présents des délégués de 20 pays et de 9 organisations internationales. La liste des participants, y compris les fonctionnaires de la FAO, figure à l'Annexe I du présent rapport.

ADOPTION DE L'ORDRE DU JOUR

2. Le Comité adopte l'ordre du jour après modifié comme suit la succession des points à examiner:
- i. L'examen du point 4 est différé jusqu'à l'arrivée du Secrétariat de la FAO;
  - ii. Les points 5, 6 et 8 seront discutés après l'étude des plans d'échantillonnage statistique pour la détermination du contenu net;
  - iii. Le point 10 est placé immédiatement après le point 3.

DESIGNATION DES RAPPORTEURS

3. MM. W. Horwitz de la délégation des Etats-Unis et G. Janssens de la France ont accepté de remplir les fonctions de rapporteurs et ont été ainsi désignés par le Comité.

MANDAT DU COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE (CCMAS) ET  
PROCEDURE A SUIVRE POUR SOUMETTRE DES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE A L'EXAMEN  
DU CCMAS

4. Le Comité a examiné un document de travail (CX/MAS 73/6) qui contenait des propositions faites par le Danemark et les Etats-Unis concernant certaines questions de procédure. La délégation de Danemark a invité le Comité à axer ses travaux essentiellement sur les méthodes générales et à laisser aux comités de produits le soin d'élaborer des méthodes spécifiques, ce qui permettrait d'éviter des retards dans l'approbation des méthodes Codex, voire des normes. Plusieurs délégations n'ayant pas soutenu cette proposition, le Comité charge un Groupe de travail ad hoc - constitué des représentants de l'Australie, du Danemark et des Etats-Unis - d'étudier ce problème tout en évitant de modifier radicalement le mandat du Comité et les Principes généraux pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex.

5. La délégation des Etats-Unis a proposé l'élaboration d'un système administratif qui permettrait la présentation, l'examen et l'approbation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage dans des conditions bien déterminées. Le Groupe de travail ad hoc a été invité à faire également rapport sur ce sujet. Le rapport du Groupe ad hoc est reproduit à l'Annexe II du présent rapport.

6. Au cours des débats sur le rapport du Groupe de travail ad hoc, les points suivants ont été soulevés:

a. La révision des méthodes adoptées figurant dans des normes Codex de produits ou même le remplacement de ces méthodes par d'autres, ne saurait représenter un amendement aux normes Codex en cause. Il s'agit là d'une question que la Commission pourra souhaiter étudier en temps utile.

b. Selon plusieurs délégués, les essais interlaboratoires réalisés dans différents pays devraient être préférés aux essais interlaboratoires effectués dans un pays seulement, pour assurer la prise en considération des différences concernant les réactifs, les solutions titrées, l'appareillage etc. utilisés.

c. Le Comité note que le Groupe de travail ad hoc n'a pas considéré le problème de l'échantillonnage.

7. Le Comité souscrit aux conclusions du rapport du Groupe de travail ad hoc mais décide qu'il n'y a pas lieu d'exiger que les essais interlaboratoires soient faits, à l'échelle internationale, encore qu'il convienne de leur accorder la préférence. Le Comité adopte le rapport du Groupe de travail en y introduisant un amendement précisant qu'il est souhaitable mais non obligatoire que les essais interlaboratoires soient réalisés au niveau international. La délégation du Danemark a signalé qu'elle jugeait raisonnable le rapport du Groupe de travail ad hoc mais que son Gouvernement pourrait ne pas être nécessairement d'accord avec les conclusions du Groupe concernant le mandat actuel du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage. Le Comité exprime ses remerciements aux membres du Groupe de travail ad hoc.

#### PLAN D'ECHANTILLONNAGE STATISTIQUE POUR LA DETERMINATION DU CONTENU NET

8. Le Comité était saisi des documents CX/MAS 73/13 et 73/14 ainsi que CX/FL 72/8 et 73/12 concernant l'interprétation statistique de l'expression "contenu net" en liaison avec l'inspection des lots. Il a été informé de la décision du Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires selon qui, pour l'interprétation de la déclaration du contenu net sur l'étiquette, le critère à retenir est la valeur moyenne du contenu de tous les récipients constituant un échantillon approprié, sous réserve qu'aucun de ces récipients ne présente de valeur excessivement faible (voir ALINORM 72/22, par. 52 et ALINORM 74/22, par 75).

9. Etant saisi de plusieurs plans d'échantillonnage différent entre eux sur divers points (nombre d'unités examinées par lot, simplicité, destructivité et nombre de catégories de produits), le Comité décide de créer un Groupe de travail ad hoc constitué des délégations de l'Australie, du Canada, de la France, de la Hongrie, des Pays-Bas, de la Suisse, du Royaume-Uni, et des Etats-Unis. Le Groupe de travail ad hoc a été chargé de préparer un schéma de plan d'échantillonnage basé sur toute la documentation disponible concernant la détermination du contenu net de différents types de denrées alimentaires. Le rapport du Groupe de travail ad hoc est reproduit à l'Annexe III du présent rapport.

10. Le Comité a entendu un exposé verbal du Président du Groupe de travail, M. G.E. Anderson, qui a précisé que le Groupe était convenu de certaines hypothèses statistiques, spécifications et définitions à adopter aux fins de la vérification de la conformité à la déclaration du contenu net, mais qu'il n'avait pu se mettre d'accord sur certaines questions importantes traitées en détail dans son rapport et exigeant des décisions d'ordre politique. Ces questions devraient être considérées à la lumière des observations des gouvernements et diverses institutions intéressées puisqu'elles comportent des considérations administratives. Le Président du Groupe de travail ad hoc a encore exprimé l'opinion que les documents traitant des problèmes d'échantillonnage (CX/MAS 73/13 et 73/14) devraient, une fois remaniés, être communiqués aux intéressés. On a d'autre part jugé indispensable que le Groupe de travail ad hoc poursuive ses activités après la fin de la présente session de manière à pouvoir préparer des courbes d'efficacité sur la base desquelles la différence entre les deux concepts statistiques fondamentaux indiqués dans le rapport du Groupe de travail ad hoc pourrait être plus facilement établie. Le Secrétariat a estimé qu'il serait désirable de rédiger un questionnaire pour obtenir des gouvernements des informations

appropriées concernant le rapport du Groupe de travail ad hoc. A ce propos, on a fait valoir que le questionnaire devrait être élaboré de façon à permettre à ceux qui y répondront de fournir des renseignements adéquats et ne devrait pas prévoir uniquement des réponses du type "oui" et "non".

11. On a souligné que les concepts statistiques envisagés par le Groupe de travail ad hoc pourraient s'appliquer également à certains articles non alimentaires, mais que l'étude des produits de ce type n'était pas de la compétence de la Commission. On est toutefois convenu que le questionnaire devrait attirer l'attention sur les répercussions que pourraient avoir pour les articles non alimentaires les décisions relatives aux denrées alimentaires car, dans nombre de pays, ces deux catégories de produits sont régies par la même législation et la même procédure administrative.

12. Le Comité exprime ses remerciements aux membres du Groupe de travail ad hoc et convient de ce qui suit:

a. le rapport du Groupe de travail ad hoc devrait être joint à son propre rapport;

b. un questionnaire devrait être rédigé par le Président du Groupe de travail ad hoc en collaboration avec le Secrétariat et les autres membres du Groupe de travail ad hoc, et envoyé aux gouvernements;

c. les documents CX/MAS 73/13 et 73/14 devraient être envoyés aux gouvernements avec tous amendements et modifications appropriés;

d. il faudrait inviter les gouvernements à faire connaître leur avis sur les 11 points d'entente relatifs aux concepts, hypothèses, spécifications et définitions statistiques figurant dans le rapport du Groupe de travail ad hoc (voir Annexe III);

e. il faudrait demander des informations et des commentaires au sujet des questions non résolues indiquées dans le rapport du Groupe de travail ad hoc;

f. le Groupe de travail ad hoc, avec M. G.E. Anderson, faisant fonction de rapporteur, devrait poursuivre ses activités par correspondance ou selon d'autres moyens appropriés ne nécessitant pas la tenue de réunions Codex non prévues avant la prochaine session;

g. les comités Codex de produits devraient être invités à formuler des observations sur le rapport du Groupe de travail ad hoc concernant les plans d'échantillonnage pour la détermination du contenu net en connexité avec les rapports du Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires (ALINORM 72/22 et 74/22);

h. les délégations du Canada, de la Suisse et des Etats-Unis devraient établir des courbes d'efficacité comparatives; et

i. le Groupe de travail ad hoc devrait examiner les renseignements communiqués par les gouvernements, les comités Codex de produits, etc. et préparer un document de travail pour la prochaine session du Comité.

#### PRINCIPES GENERAUX POUR L'ELABORATION DE METHODES CODEX D'ECHANTILLONNAGE

13. Le Comité était saisi du document CX/MAS 73/3 qui contenait une proposition du Royaume-Uni se rapportant aux Principes généraux et aux termes de laquelle les procédés d'échantillonnage devraient être choisis par le Comité. Le Comité constate que, bien que la proposition du Royaume-Uni ait été communiquée avant la session pour observations, aucun commentaire ne lui est parvenu. Plusieurs délégations ont estimé qu'il était peut-être encore prématuré d'étudier la question des Principes généraux pour l'élaboration de méthodes Codex d'échantillonnage et qu'il vaudrait mieux le faire lors d'une session ultérieure. La délégation de l'Australie a souligné à nouveau que les méthodes techniques d'échantillonnage et les plans d'échantillonnage statistique proposés par les comités Codex de produits devraient être soumis au présent Comité pour examen et confirmation (voir par. 13(c) des Directives à l'usage des comités du Codex, Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius, 3ème édition).

14. Le Secrétariat a exprimé l'opinion que la notion des méthodes Codex d'échantillonnage devra probablement être revue d'ici un certain temps. Le Comité invite le Secrétariat à rédiger, en collaboration avec la délégation du Royaume-Uni, un document récapitulant toutes les décisions prises antérieurement ainsi que tous les textes adoptés au sujet de la définition, des principes généraux, de l'acceptation, etc. des méthodes Codex d'analyse et

d'échantillonnage. Il félicite la délégation britannique du travail qu'elle a accompli mais décide d'attendre que les conclusions du Groupe de travail ad hoc sur les méthodes d'échantillonnage pour la détermination du contenu net aient été révisées en fonction des réponses des gouvernements et prie la délégation du Royaume-Uni de continuer à remplir le rôle de rapporteur au sujet des principes généraux applicables à l'échantillonnage.

GUIDE ET PLAN TYPE POUR LA REDACTION DE METHODES D'ECHANTILLONNAGE NORMALISEES

15. Le Comité a examiné le document de travail ISO/TC 34/GT.1 (Secrétariat-20) 40F "Guide et plan type pour la rédaction d'une méthode normalisée d'échantillonnage à partir d'un lot" et a appris que le comité technique ISO/TC 34 n'avait pas encore mis définitivement au point ce texte, dans l'attente des commentaires des membres du Codex.

16. Pendant les débats, la délégation de l'Australie a attiré l'attention du Comité sur le fait que le guide et plan type de l'ISO prévoit l'utilisation de termes définis dans le "Projet de vocabulaire concernant les termes d'échantillonnage et les définitions" - document ISO/TC 34/GT.1 (Secrétariat-13) 26 bis F - préparé par le comité technique ISO/TC 34. Selon la délégation australienne, les définitions établies par le comité ISO/TC 69 conviennent mieux. Le Comité fait observer, qu'il existe au sein de l'ISO trois comités techniques qui s'occupent des définitions et de la terminologie dans le domaine de l'échantillonnage et, d'autre part, que l'Organisation européenne pour le contrôle de la qualité (OECQ) a publié un glossaire des expressions utilisées dans le domaine du contrôle de la qualité.

17. Le Comité décide qu'avant de se prononcer sur l'adoption du guide et plan type de l'ISO, il faut attendre que l'ISO mette définitivement au point ce document. Dans l'intervalle, il se servira du projet de guide et plan type selon ses besoins. Il invite aussi l'ISO à s'occuper de la question des définitions des termes d'échantillonnage afin de concourir à la coordination des efforts déployés dans ce domaine. Ou est également convenu que les observations formulées par la Pologne et d'autres pays devraient être communiqués au Comité et à l'ISO/TC 34.

AVANT-PROJET DE CODE D'ECHANTILLONNAGE POUR LES PREPARATIONS POUR NOURRISSONS

18. Le Comité était saisi d'un document (CX/MAS 73/4) préparé par le Secrétariat de la FAO et contenant l'avant-projet de code sous rubrique. En présentant ce document, le Secrétariat a expliqué que celui-ci avait pour but de servir d'exemple lors de l'éventuelle élaboration d'une méthode d'échantillonnage appropriée pour les aliments pour nourrissons et enfants en bas âge. Ce texte ne vise qu'à indiquer le genre de dispositions qu'il conviendrait d'inclure dans une méthode Codex d'échantillonnage établie d'après le guide et plan type de l'ISO. Le Secrétariat a précisé en outre qu'il avait fallu à cet effet inclure dans le document non seulement des plans d'échantillonnage statistique et des critères d'acceptation, mais aussi les procédés physiques effectivement utilisés pour le prélèvement des échantillons.

19. Le Secrétariat a estimé que le Comité du Codex sur les aliments diététiques ou de régime n'était peut-être pas l'organisme le plus approprié pour étudier les procédés physiques servant effectivement au prélèvement des échantillons, et que le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage devrait continuer à élaborer des procédés techniques de prélèvement des échantillons et les réunir en un document général.

20. Plusieurs délégations ont déclaré que certaines dispositions de l'avant-projet préparé par le Secrétariat n'étaient pas appropriés; par exemple, les critères d'acceptation à retenir pour une norme qui prévoit une seule limite - maximale ou minimale - ne sont pas nécessairement identiques à ceux concernant les normes qui fixent des limites aussi bien maximales que minimales. En outre, on a fait valoir que des plans, comme celui proposé par le Secrétariat, qui comportent un risque élevé pour l'acheteur peuvent ne pas convenir pour un produit tel que les préparations pour nourrissons ou d'autres produits dans le cas desquels entrent en jeu des éléments touchant à la santé publique. On a aussi souligné que cette procédure d'échantillonnage ne sera probablement pas applicable tant au niveau de la production qu'à celui de la vente au détail.

21. Le Comité décide que le document précité aura un caractère consultatif et autorise le Secrétariat à faire le nécessaire pour obtenir l'avis du Comité du Codex sur les aliments diététiques ou de régime en ce qui concerne le besoin de mettre au point une procédure d'échantillonnage pour les préparations pour nourrissons, ainsi qu'à indiquer les éléments d'information nécessaires à l'établissement d'un plan d'échantillonnage approprié. Il faudrait notamment prendre en considération, par exemple, le niveau auquel le contrôle sera fait, les tolérances concernant les limites fixées pour les substances nutritives visées par la norme, etc. La délégation de la République fédérale d'Allemagne a proposé de pressentir son gouvernement quant à la possibilité de préparer un document pour la prochaine session du Comité du Codex sur les aliments diététiques ou de régime.

#### ACTIVITES PRIORITAIRES DANS LE DOMAINE DE L'ECHANTILLONNAGE

22. Le Comité estime que l'élaboration de plans d'échantillonnage pour la détermination du contenu net devrait recevoir la priorité absolue et que la question des méthodes d'échantillonnage pour les préparations pour nourrissons pourrait aussi, en attendant les observations du Comité des aliments diététiques, être examinée lors d'une future session (voir par. 21). Le Comité demande au Secrétariat d'obtenir les vues des Comités du Codex s'occupant de produits au sujet des activités prioritaires futures dans le domaine de l'échantillonnage et de préparer un document à ce sujet pour la prochaine session. On a également jugé que l'étude des principaux généraux pour l'élaboration de méthodes Codex d'échantillonnage pourrait aussi être entreprise lors d'une session future (voir par. 13-14).

#### QUESTIONS DECOULANT DES RAPPORTS DES COMITES DU CODEX

23. Le Secrétariat a informé le Comité que le Comité du Codex sur les résidus de pesticides a décidé à sa sixième session de poursuivre ses travaux sur le problème de l'échantillonnage en liaison avec le contrôle de l'application des tolérances relatives aux résidus de pesticides sans attendre les résultats des délibérations du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage. Selon le Comité des résidus de pesticides, les tolérances concernant les résidus de pesticides représentent un domaine particulier et spécialisé qui exige des procédures d'échantillonnage spécifiques (voir ALINORM 72/24A, par. 16). Le Comité note qu'il sera selon toute probabilité saisi pour examen de toute procédure d'échantillonnage élaborée par le Comité du Codex sur les résidus de pesticides. Le Comité a aussi été informé que des questions découlant des travaux du Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires et du Comité exécutif ont déjà été traités dans le cadre d'autres points de l'ordre du jour.

#### CONFIRMATION DE METHODES D'ANALYSE

##### Norme pour les préparations pour nourrissons et autres normes pour les aliments pour nourrissons et enfants en bas âge

24. Humidité (perte à la dessiccation)- La délégation des Pays-Bas a déclaré que le temps de dessiccation à la température indiquée par la méthode AOAC était trop long dans le cas des aliments acides pour nourrissons et enfants en bas âge, et sans doute aussi dans celui des produits contenant du lactose cristallisé d'ajout. Le Comité décide de maintenir la confirmation provisoire de la méthode AOAC (AOAC XI, 7.003), en attendant les résultats des essais interlaboratoires.

25. Cendres - La délégation des Pays-Bas a attiré l'attention du Comité sur la méthode de l'Infant Formula Council des Etats-Unis, soulignant que la calcination à des températures supérieures à 550°C a pour effet d'abaisser la valeur trouvée pour les cendres. La délégation des Etats-Unis a précisé que les méthodes de l'Infant Formula Council sont presque toutes des méthodes AOAC, mais que certaines d'entre elles s'écartent légèrement des méthodes AOAC correspondantes et qu'il appartient au Council de justifier ces déviations. Même si la méthode AOAC pour le dosage des cendres se rapporte aux aliments pour animaux, il ne s'agit là que d'une question de présentation et la méthode AOAC a un champ d'application général et est utilisable avec n'importe quel type de denrée alimentaire. Le Comité a appris que les résultats des études interlaboratoires n'ont pas été soumises au Comité du

Codex sur les aliments diététiques ou de régime dont la session doit avoir lieu du 8 au 15 février 1974. Le Comité décide de confirmer à titre provisoire la méthode AOAC, XI.7.010 en attendant que les gouvernements lui fournissent des renseignements sur son applicabilité aux aliments pour nourrissons et enfants en bas âge.

26. Graisses brutes - Le Comité note qu'en réponse à sa demande, le Comité du Codex sur les aliments diététiques ou de régime a présenté une définition des "graisses brutes" (voir ALINORM 74/26, par. 6). La délégation des Pays-Bas a exprimé l'opinion que trois méthodes différentes étaient nécessaires pour couvrir les divers types de produits en question, à savoir ceux qui contiennent du lait et du sucre, les céréales et les repas complets composés de viande et de légumes. Le Comité estime ne pas être en mesure de choisir des méthodes appropriées pour les divers types d'aliments pour nourrissons et enfants et accepte l'offre des Pays-Bas d'organiser une étude interlaboratoires à laquelle participeront en tout cas les délégations des Etats-Unis, de l'Australie, du Royaume-Uni et de la République fédérale d'Allemagne. Trois méthodes seront utilisées dans les essais interlaboratoires internationaux et appliquées à quatre types de produits.

27. La délégation des Pays-Bas a indiqué son intention de demander l'avis de ses collaborateurs sur le plan de l'étude interlaboratoires avant d'organiser les essais proprement dits. Le Comité tient à exprimer sa satisfaction au sujet de cette première activité proposée de collaboration internationale organisée par lui en vue de déterminer la fiabilité des méthodes Codex proposées et exprime l'espoir que des travaux interlaboratoires semblables seront entrepris à propos d'autres méthodes pour lesquelles de telles études sont nécessaires. Le Comité remercie M. W. Horwitz des efforts qu'il déploie afin d'instituer une collaboration internationale dans ce domaine.

28. Cellulose brute - Le Comité a appris qu'une méthode conjointe AOAC/ISO était encore en cours de mise au point et que, une fois achevée, elle sera soumise à des essais interlaboratoires. Le Comité décide d'attendre les résultats des essais interlaboratoires AOAC/ISO.

29. Protéines brutes - Le Comité a appris que l'ISO diffusait actuellement un texte conjoint AOAC/ISO et qu'un rapport sera probablement disponible l'an prochain. La délégation de l'Australie a relevé la nécessité de trouver de nouveaux catalyseurs tels que l'oxyde de titane/cuivre décrit par P.C. Williams (1973) dans J. Science Food Agriculture, car le mercure ne donne pas entière satisfaction. La délégation des Etats-Unis a informé le Comité que beaucoup d'organisations s'occupent de ce problème.

30. Coefficients de conversion pour les calories assimilables et pour l'azote - Le Comité note que le Comité des aliments diététiques a adopté les coefficients de conversion indiqués dans le rapport du Comité mixte FAO/OMS d'experts des besoins énergétiques et protéiques (Org. mond. Santé Sér. Rapp. techn. 522, Annexes 2 et 3).

31. Glucides assimilables - Après avoir pris connaissance des conclusions du Comité des aliments diététiques, le Comité décide d'attendre que des méthodes spécifiques soient proposées.

32. Sodium/potassium - Le Comité prend note de la méthode établie par les Etats-Unis (voir Annexe IV du présent rapport) et invite les gouvernements à formuler des observations sur la version révisée de ce texte.

33. Vitamine E - Le Comité maintient la confirmation précédemment faite à titre provisoire (voir ALINORM 72/23, par. 46).

34. Acide linoléique - Le Comité note que le Comité des aliments diététiques a spécifié que ce composé était l'acide cis, cis, 9:12 octadécadiénoïque (voir ALINORM 74/26, par. 11-12) et que le Comité du Codex sur les graisses et les huiles envisagerait l'élaboration d'une méthode CGL pour cet acide. Le Comité invite le Royaume-Uni à continuer son travail dans ce domaine.

35. Vitamine K - Le Comité confirme à titre provisoire la méthode de Schönhayder (dosage sur poussin) et note que l'on met actuellement au point des méthodes CGL et CCM pour doser la vitamine K<sub>1</sub>, la seule forme sous laquelle cette vitamine est autorisée dans les préparations pour nourrissons. Le Comité convient qu'il confirmera à nouveau en temps utile la méthode de dosage sur le poussin ou bien qu'il la remplacera par une méthode CGL ou CCM appropriée.

36. Identification des ingrédients - Le Comité approuve les conclusions du Comité des aliments diététiques selon qui il n'est pas besoin d'établir des méthodes pour la détermination des ingrédients facultatifs à moins que ceux-ci ne soient spécifiés dans la norme.

37. Choline - Le Comité a appris que la CEE n'a pas encore élaboré de méthode pour le dosage de la choline dans les denrées alimentaires, mais qu'une méthode a été étudiée à propos des aliments pour animaux.

38. Chlorures - Le Comité était saisi d'une méthode générale que la délégation des Etats-Unis avait soumise au Comité du Codex sur les aliments diététiques ou de régime (voir CX/MAS 73/7, Annexe I). La délégation des Etats-Unis a informé le Comité que des études interlaboratoires ont montré que la méthode est applicable de manière générale aux denrées alimentaires, à condition de remanier légèrement la section relative à la préparation de l'échantillon, et que la méthode - dans sa version actuelle - convient pour la dosage des chlorures dans les préparations pour nourrissons. Le Comité était également saisi d'une méthode soumise par la délégation de la France (voir CX/MAS 73/7, Annexe II). Il décide que la méthode américaine, une fois remaniée la section concernant la préparation de l'échantillon et la méthode proposée par la délégation française seront communiquées aux gouvernements pour que ces derniers les commentent et fournissent toutes données pertinentes provenant d'essais interlaboratoires.

39. Solides laitiers et composants secs du cacao - Le Comité a été informé que le Comité du Codex sur les produits cacaoités et le chocolat examinait actuellement des méthodes pour le dosage des solides laitiers et des composants secs du cacao (voir ALINORM 74/10, Annexe IV) et que ces méthodes lui seront soumises en temps voulu.

40. Qualité de la protéine - Le Comité note que le Comité du Codex sur les aliments diététiques ou de régime examine actuellement cette question mais que le Groupe consultatif FAO/OMS des protéines, lors de sa session de décembre 1972, n'a pas discuté de méthodes pour la détermination de la qualité des protéines présentes dans les aliments pour enfants et nourrissons, car il avait précédemment proposé des méthodes pour mesurer la valeur protéique (Directive du PAG No. 6). Le Comité ajourne l'examen de cette question.

41. Résidus de substances hormonales et antibiotiques - Le Comité a été informé par le représentant de la CEE qu'aucune méthode CEE n'était encore disponible pour le dosage de ces résidus. La délégation de l'Australie a signalé que son pays recourait aux méthodes USDA mais que celles-ci exigeaient l'utilisation d'échantillons volumineux et que les opérations d'épuration étaient très difficiles. Elle a en outre déclaré que les hormones et les antibiotiques dans les aliments pour nourrissons et enfants en bas âge sont extrêmement difficiles à doser. La délégation des Etats-Unis a indiqué que les méthodes USDA étaient toujours à l'étude et que les résultats des essais interlaboratoires seront communiqués en temps utile. Elle a prié le représentant de la CEE de fournir des données justificatives lors de la publication des méthodes officielles EEC d'analyse. Le Comité décide d'attendre que soient formulées des recommandations précises concernant la concentration d'hormones et d'antibiotiques spécifiques dans les aliments, ainsi que des recommandations relatives aux méthodes à utiliser pour doser ces substances, avant de reprendre l'examen de cette question.

42. Iode - Bien que la méthode qu'il a confirmée à sa précédente session ne lui soit pas à nouveau soumise pour examen, le Comité a noté que, selon la délégation de la République fédérale d'Allemagne, les spécialistes de ce pays ont observé que la méthode ne pouvait pas être utilisée avec les quantités spécifiées dans la norme concernant les préparations pour nourrissons. La délégation des Etats-Unis a accepté de signaler ce fait à l'AOAC.

#### Fruits et Légumes et denrées surgelées

43. Teneur en eau des raisins secs - Le Comité a examiné une méthode proposée par le Comité des fruits et légumes traités en tant que variante de la méthode AOAC antérieurement confirmée. La délégation du Royaume-Uni a fait observer que la méthode figurant en appendice I à l'Annexe VI du document ALINORM 74/20A n'a pas donné des résultats satisfaisants, puisque ceux-ci dépendent entre autres du type de conditionnement du produit. La délégation des Etats-Unis a informé le Comité que la méthode a été jugée satisfaisante à la suite d'essais interlaboratoires. Le Comité confirme la nouvelle méthode proposée par le Comité des fruits et légumes traités.

44. Impuretés minérales dans les raisins secs - Le Comité confirme la méthode proposée par le Comité des fruits et légumes traités qui figure en appendice II de l'Annexe VII du document ALINORM 72/20A, mais décide que le "détergent ménager" sera spécifié. La délégation de l'Australie s'est engagé à fournir au Secrétariat les détails pertinents concernant le détergent à utiliser.
45. Anhydride sulfureux dans les raisins secs - La délégation des Pays-Bas, appuyée par celle de l'Autriche, a déclaré préférer la méthode de Tanner qui a été essayée sur des raisins secs. La délégation des Etats-Unis a exprimé l'opinion que, bien que la méthode de Tanner soit acceptable puisqu'elle est généralement applicable aux denrées alimentaires de toute espèce, la méthode AOAC présente l'avantage d'être plus rapide. La délégation des Etats-Unis a estimé en outre que les détails des essais interlaboratoires réalisés aux Pays-Bas au sujet de la méthode de Tanner devraient être communiqués au Comité. Celui-ci confirme la méthode AOAC proposée par le Comité des fruits et légumes traités et a jugé que la méthode de Tanner qui est une méthode générale et donc préférable, devrait faire l'objet d'un examen en vue de confirmation en tant que variante de la méthode AOAC si, à la suite d'essais interlaboratoires comportant une comparaison directe des deux méthodes, il est démontré qu'elle est équivalente à la méthode AOAC.
46. Huile minérale dans les raisins secs - Le Comité a examiné la méthode proposée par le Comité des fruits et légumes traités (voir ALINORM 72/20A, appendice III de l'Annexe VII). La délégation des Pays-Bas a été d'avis qu'une détermination à blanc devrait être prévue dans le texte pour éliminer toute erreur possible due à la présence des résidus laissés par l'évaporation de 400 ml d'éther de pétrole. La délégation des Etats-Unis a exprimé l'opinion qu'en appliquant la spécification pour l'éther de pétrole de qualité analytique établie par l'American Chemical Society, on évite de fausser lourdement les résultats et que, de ce fait, il n'est pas absolument nécessaire de prévoir un essai à blanc. La question de la séparation de l'huile minérale et des graisses végétales en chromatographie sur colonne a été discutée. D'un côté, on a fait valoir que la présence de groupes carbonyles dans le spectre IR suffit pour indiquer si la séparation est complète ou non. D'autre part, on a jugé nécessaire de procéder à une opération de saponification. Le Comité confirme la méthode à titre provisoire et demande au Secrétariat d'en modifier le texte de manière à exiger qu'un essai à blanc soit fait. Les délégations des Etats-Unis, de l'Australie et des Pays-Bas ont accepté de procéder à une étude interlaboratoires pour déterminer la nécessité d'une opération de saponification et de présenter un rapport à ce sujet au Comité.
47. Sorbitol dans les raisins secs - Le Comité a examiné la méthode proposée par le Comité des fruits et légumes traités, qui figure en appendice IV à l'Annexe VII du document ALINORM 72/20A. La délégation des Pays-Bas a estimé que la méthode en question était passablement incommode et qu'il existait des méthodes enzymatiques plus simples. Le Comité confirme la méthode proposée par le Comité des fruits et légumes traités et décide que les méthodes enzymatiques pourront être examinées ultérieurement.
48. Impuretés minérales dans les fraises en conserve - Le Comité confirme la méthode proposée par le Comité des fruits et légumes traités (voir ALINORM 72/20A, Annexe XIV).
49. Impuretés minérales dans les fraises et les framboises surgelées - Le Comité confirme la méthode proposée par le Comité des denrées surgelées (voir ALINORM 74/25, Annexe II), mais observe qu'elle diffère de la méthode indiquée au paragraphe 48 ci-dessus en ceci qu'elle ne comprend pas le traitement à l'HCl. Tout en reconnaissant que ces méthodes sont en connexité étroite avec la disposition des diverses normes en cause concernant les impuretés minérales, il invite les Comités intéressés à proposer autant que possible une seule méthode pour la mesure de critères identiques ou semblables dans leurs normes et à déterminer si le traitement à l'HCl est nécessaire.
50. Ingrédient baie dans les framboises surgelées - Le Comité confirme la méthode proposée par le Comité des denrées surgelées qui figure à l'Annexe II du document ALINORM 74/25, tout en notant que la méthode définit en fait l'"ingrédient baie égoutté". Le Secrétariat a été chargé d'élucider le défaut de cohérence entre les alinéas 3.3.5.1 et 8.3.2 en ce qui concerne le poids de l'échantillon unitaire devant être prélevé.
51. Teneur totale en solides solubles des framboises surgelées - Le Comité confirme la méthode CAC/RM 43-1971 recommandée par la Commission du Codex Alimentarius et proposée par le Comité des denrées surgelées.



52. Poids égoutté des olives de table - Le Comité confirme la méthode CAC/RM 36-1970 recommandée de la Commission du Codex Alimentarius et proposée par la Réunion mixte FAO/COI sur la normalisation des olives de table.

53. Teneur en sel des olives de table - Le Comité confirme la méthode de titrage potentiométrique proposée par la Réunion mixte FAO/COI (J. AOAC, No. 2, mars 1971, 32.A01 à 32.A05). En ce qui concerne la variante proposée (voir CX/MAS 73/10, page 2), le Comité invite le Comité s'occupant des olives de table à lui fournir les preuves d'équivalence avant que la confirmation de la méthode de remplacement puisse être prise en considération.

54. Acidité et pH des olives de table - Le Comité confirme la méthode proposée par la Réunion mixte FAO/COI tout en notant que la norme pour les olives de table prévoit un certain nombre d'additifs qui, étant acides, influenceront sur l'interprétation des résultats de la détermination du pH ainsi que de l'acidité.

#### Produits cacaotés et chocolat

55. Le Comité était saisi du document CX/MAS 73/14 qui rapporte les résultats d'une étude interlaboratoires faite au sujet d'une méthode mixte AOAC/OICC pour la détermination des cendres dans les produits cacaotés. Il juge que l'étude interlaboratoires AOAC/OICC représente un excellent exemple de coopération entre deux organisations internationales et confirme la méthode mixte AOAC/OICC. La délégation de l'Australie a demandé l'inscription au procès verbal de la remarque suivante: conformément aux directives de la Commission concernant l'élaboration des méthodes Codex d'analyse et d'échantillonnage, les techniques d'échantillonnage que les comités Codex de produits proposent d'inclure dans des normes Codex doivent être soumises pour confirmation au présent Comité.

#### Champignons comestibles et produits dérivés

56. Le Comité était saisi du document de travail CX/MAS 73/8 contenant des méthodes d'analyse devant être examinées par lui ainsi que les observations y afférentes des gouvernements.

57. Impuretés minérales dans les champignons à l'huile - Le Comité confirme la méthode ISO R.763 telle qu'amandée dans le document CL 1970/5, paragraphe B. Il note que les commentaires formulés par la République fédérale d'Allemagne recommandent de fixer la température de calcination à une valeur ne dépassant pas 550°C. Il note également que, selon le Royaume-Uni aucune méthode n'a été publiée au sujet des impuretés minérales dans les champignons à l'huile et que les pays qui connaissent bien ce produit devraient fournir des renseignements permettant de mettre au point des méthodes appropriées.

58. Sel dans les champignons à l'huile - Le Comité confirme la méthode J. AOAC 32.A01 à 32.A05, mars 1971, tout en notant que selon la République fédérale d'Allemagne, dans le cas des champignons à l'huile, l'huile devrait être éliminée soigneusement, puisque sa présence pourrait avoir une influence sur le titrage potentiométrique. Le Royaume-Uni a formulé les mêmes remarques qu'au paragraphe 57 ci-dessus. Les Etats-Unis ont souligné que la méthode confirmée est applicable à des produits très gros comme le beurre et la margarine.

59. Eau dans les champignons séchés, les champignons lyophilisés et la Shi-ta-ke séché - Le Comité note que la nouvelle méthode AOAC, 1970, 31.006 est identique à celle qui a été précédemment confirmée (AOAC, 1965, 29.005) et convient qu'aucune intervention de sa part en la matière n'est nécessaire.

60. Acide lactique et/ou acide citrique dans les champignons stérilisés - La délégation des Pays-Bas a relevé que la méthode AOAC proposée (AOAC, 1970, 22.058), qui permet de mesurer l'acidité titrable totale, n'est pas suffisamment spécifique pour la vérification de cette disposition et a proposé l'emploi d'une méthode enzymatique. D'autres délégations ont été d'avis que seule la mesure du pH final est nécessaire pour faciliter l'opération de stérilisation. On a invité le Secrétariat à saisir de cette question le Comité de Coordination pour l'Europe en vue de la mise au point de méthodes appropriées, le cas échéant.

61. Concentrés de jus de fruits - Le Comité était saisi du document de travail CX/MAS 73/9, énumérant les méthodes qu'il devait examiner ou élaborer, ainsi qu'un exposé récapitulatif sur les méthodes déjà confirmées ou confirmées à titre provisoire pour des normes (parvenues aux étapes 8 ou 9) visant des jus de fruits non concentrés. Le Comité a été informé que l'Union internationale des producteurs de jus de fruits se réunira fin septembre à Vienne pour étudier diverses méthodes applicables aux jus de fruits, y compris des tests de fermentation (voir CX/MAS 73/9, Annexe II, Méthode de Pilnik et Piek-Paddegon). Le Comité décide d'examiner ces méthodes après la session de la FIJU. En revanche, il convient de discuter de l'applicabilité aux concentrés des méthodes déjà confirmées pour les jus de fruits non concentrés. A cette fin, on a établi un petit group de travail ad hoc constitué des délégations de la Suisse, de l'Autriche et des Etats-Unis, ainsi que du représentant de la FIJU.

62. Le Comité a entendu un rapport verbal de M. H.U. Pfister, Président du Groupe de travail ad hoc. Le Groupe de travail a recommandé que toutes les méthodes confirmées pour les jus non concentrés soient applicables aux concentrés, l'exception faite des méthodes relatives aux critères concernant les jus concentrés en tant que tels, par exemple la détermination réfractométrique des solides solubles, etc. Le Groupe a recommandé en outre que les normes pour les jus de fruits concentrés signalent de façon appropriée que les méthodes d'analyse mentionnées visent les concentrés de jus de fruits après reconstitution jusqu'à obtention de la concentration voulue exprimée en degrés Brix. Après quoi, les méthodes appropriées devraient être soit citées par voie de référence à la norme pour le jus non concentré correspondant, soit être décrites in extenso.

63. Le représentant de la FIJU a précisé que son organisation, à sa prochaine session qui aura lieu en septembre à Vienne, étudiera une méthode isotopique servant à distinguer les jus de fruits non concentrés des jus de fruits reconstitués. La délégation de la France a proposé qu'un test interlaboratoires soit fait pour vérifier ces méthodes.

64. Le Comité souscrit aux conclusions du Groupe de travail ad hoc et estime également qu'il pourrait être utile d'élaborer une méthode dans le sens proposé par le représentant de la FIJU et la délégation de la France.

#### AUTRES QUESTIONS

65. Le Comité a été informé que les Etats-Unis et les Pays-Bas ont modifié leur propositions antérieures concernant une méthode de dosage des agents conservateurs dans les aliments, compte tenu des suggestions et recommandations faites par le Comité à sa septième session, ainsi que des remarques formulées par M. Gosselé, délégué de la Belgique. En outre, une seconde méthode (décrite par Clement *et. al.*, Z. Anal. Chem. 248, 182, 1969) a été étudiée par les Pays-Bas et jugée applicable. Ces deux méthodes seront envoyées pour observations aux pays participants et une étude interlaboratoires AOAC-CCMAS sera entreprise pour essayer et comparer ces deux méthodes. Le Comité décide d'examiner ces méthodes lors d'une session future.

66. A la demande du Comité, la délégation de la République fédérale d'Allemagne a accepté de mettre à jour le document qu'elle avait préparé sur les travaux d'organisations internationales s'occupant de méthodes d'analyse. Le représentant de l'UICPA a offert de participer à cette tâche et a indiqué que l'UICPA a l'intention de convoquer une groupe de travail constitué de représentants de diverses organisations en vue d'harmoniser les spécifications des additifs alimentaires et les méthodes d'essai correspondantes. Le Secrétariat a été chargé de s'enquérir des conclusions et du rapport de la réunion organisée au mois de mars 1973 à Paris sous les auspices de FAO au sujet des travaux accomplis par des organisations internationales en matière de normalisation dans tous les domaines de l'agriculture, et de transmettre tous les renseignements ainsi obtenus à la délégation de la République fédérale d'Allemagne.

67. Le Secrétariat a jugé qu'il pourrait être désirable de rédiger un protocole pour la réalisation des essais interlaboratoires internationaux. Ayant appris que l'UICPA se propose d'organiser un symposium sur l'harmonisation des études interlaboratoires, le Comité invite le représentant de cette organisation à rédiger un rapport pour sa prochaine session.

TRAVAUX FUTURS

68. Le Comité convient d'examiner les points suivants à sa prochaine session et lors de réunions ultérieures:

- a. Méthodes générales pour les agents de conservation dans les aliments;
- b. Méthodes générales pour les contaminants métalliques - on a prié la délégation du Canada de mettre à jour le document qu'elle avait préparé à ce sujet;
- c. Plan d'échantillonnage pour la détermination du contenu net;
- d. Procédure d'échantillonnage applicable aux aliments pour nourrissons et enfants en bas âge;
- e. Autres procédures d'échantillonnage proposées par des Comités de produits; et
- f. Confirmation de méthodes d'analyse et d'échantillonnage proposées par des comités du Codex s'occupant de produits.

DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION

69. Le Comité a été informé que sa prochaine session aurait lieu en septembre 1974, comme convenu par le Comité exécutif (voir ALINORM 73/3) et se tiendrait à Budapest.

- - - - -

ALINORM 74/23  
APPENDIX I

LIST OF PARTICIPANTS  
LISTE DES PARTICIPANTS  
LISTA DE PARTICIPANTES

AUSTRALIA  
AUSTRALIE

F.E. Peters  
Australian Government Analyst  
Dept. of Science  
Canberra

K.F. Clement  
Assistant Director  
Technical and Administrative Services  
Bureau of Agricultural Economics  
P.O.B. 1563  
Canberra

AUSTRIA  
AUTRICHE

H. Woidich  
Lebensmittelversuchsanst  
Blaasstrasse 29  
A 1190 Vienna

BRAZIL  
BRESIL  
BRASIL

Werner M.R. Thiele  
Chief Regional Inspector  
Animal Products Inspection Div.  
C.P. 590  
88000 Florianopolis-Sc  
Brazil

CANADA

J.P. Barrette  
Canada Agriculture  
Production and Marketing Branch  
Analytical Services Section  
Ottawa, Ontario, K1A 0C5

George A. Anderson  
Director of Metrology and Laboratory  
Services  
Standards Branch  
Dept. of Consumer and Corporate Affairs  
Ottawa, Ontario

CZECHOSLOVAKIA  
TCHECOSLOVAQUIE  
CHECOSLOVAQUIA

Josef Barviř  
Chemical Engineer  
State Inspection of the Quality of Food  
Products  
Pobrezni 10 - Praha-Karlin

Jan Laciny  
Chemical Engineer  
Inspection of the Quality of Food  
Products  
Pobrezni 10-Praha-Karlin

Dusan Proházka  
Chief of the Dept. of the State Insp. of  
Quality of Foods  
Bratislava  
Podjavorinskej 4

Magda Fellegiová  
Research Institute of Hygiene  
Bratislava  
ul.CSL arm 40

DENMARK  
DANEMARK  
DINAMARCA

Poul Fr. Jensen  
Director  
Inspection Service for Fish Products,  
Ministry of Fisheries  
Dronningens Tvaergade 21  
DK 1302 Copenhagen K

M. Bergström-Nielsen  
Head of Section  
National Food Institute  
Mørhøj Bygade 19  
DK 2860 Spborg

FRANCE  
FRANCIA

G. Janssens  
Président Général de la Commission  
Générale d'Unification des Méthodes  
d'Analyse  
42 rue de Bourgogne  
75007 Paris

GERMANY, FED. REP. OF  
ALLEMAGNE, REP. FED.  
ALLEMANIA, REP. FED.

W. Krönert  
Bundesgesundheitsamt  
1 Berlin  
33 Postfach

P. Vogel  
Chemist  
D 419 Kleve-Materborn  
Lärchenstr. 1  
Bünd für Lebensmittelrecht und  
Lebensmittelkunde

H. Meyer  
Chemiker  
6000 Frankfurt-Niederrad  
Nestle-Haus, Lyonerstr. 23

HUNGARY  
HONGRIE  
HUNGRIA

A. Miklovicz  
Director  
Chairman of the Hungarian Codex Committee  
Ministry of Agriculture and Food  
1355 Budapest POB 8

E. Dworschák  
Research Worker  
Institute of Nutrition  
1097 Gyáli ut 3/a

E. Zukál  
Head of Department  
Institute for Chemistry and Food Analysis  
1024 Budapest  
Hermann O. ut 15

Z. Gálffy  
Head of Department  
Institute for Chemistry and Food Analysis  
1024 Budapest  
Herman O. ut 15

J. Kovács  
Director  
Institute for Chemistry and Food Analysis  
1024 Budapest  
Herman O. ut 15

K. Lindner  
Professor  
Budapest V.  
Alkotmány ut 9-11

R. Tarján  
Professor of Nutrition Hyg.  
Budapest IX  
Gyáli ut 3

HUNGARY (cont.)

L. Telegdy-Kováts  
University Professor  
Technical University  
Budapest XI  
Budafoki ut 4

J. Szilágyi  
Head of Section  
Ministry of Agriculture and Food  
Budapest V  
Kossuth L. tér 9-11

O. Noske  
Chem. Inge.  
Budapest I  
Széchenyi rkp. 6

I. Antal  
Head of Section  
Municipal Institute of Food Control  
and Chemistry  
Budapest V  
Városház u 9-11

J. Kindler  
University Lecturer  
Polytechnical University of Budapest  
Budapest

IRELAND  
IRLANDE  
IRLANDA

F. Hill  
Public Analyst  
Eastern Health Board  
10 Cornmarket  
Dublin 8

ITALY  
ITALIE  
ITALIA

G.B. Quaglia  
Istituto Nazionale della Nutrizione  
Città Universitaria  
Rome

G. Porcelli  
Ministero della Sanità  
Via dell'Industria (EUR)  
Rome

JAPAN  
JAPON

S. Yoshikawa  
Director, Analytical Division  
National Food Research Institute  
Shiohama koto-ku 1-2-12  
Tokyo

NETHERLANDS  
PAYS-BAS  
PAISES BAJOS

P.L. Schuller  
Head, Laboratory of Chemical Analysis  
Foodstuffs National Institute of  
Public Health  
P.O.B. 1  
Bilthoven

I. Eisses  
Government Dairy Station  
Ministry of Agriculture and Fisheries  
Vreewijkstro  
Leiden

M.J.M. Osse  
Direction of Agricultural Industries  
and International Trade  
Ministry of Agriculture and Fisheries  
1<sup>o</sup>v.d. Boschstraat 4  
Den Haag

A. Kruyse  
Cabinet Adviser  
Ministry of Public Health  
Environmental Hygiene  
Dokter Reijersstraat 12  
Leidschendam

P.W.M. van der Weijden  
Unilever N.V.  
's Jacobplein 1  
Rotterdam

NORWAY  
NORVEGE  
NORUEGA

S. Nossen  
Chemist  
SKVK, Gladengveien 3b  
Oslo 6

POLAND  
POLOGNE  
POLONIA

A. Zaboklicki  
Ministry of Foreign Trade  
Quality Inspection Office  
Gdynia, Czolgistow 8/12

K. Mazurkiewicz  
Ministry of Foreign Trade  
Quality Inspection Office  
Warsawa, Stepinska 9

M. Dombrowska  
Doctor of Science  
Institute for Fermentation  
Warsawa

B.M. Brzozowska  
Pharmazist  
Sen. Assistant Analit. Labor, for  
Food Research Institute  
Warsawa, PZH  
Chocimska 24

ROMANIA  
ROUMANIE  
RUMANIA

G. Mihalca  
Dipl. Ing., Directeur Scientifique de  
l'Institut pour la Valorisation des  
Légumes et des Fruits  
Bucarest 6  
11 Calea Victoriei

SWEDEN  
SUEDE  
SUECIA

H. Guthenberg  
Head of Laboratory  
Swedish Customs  
Fack. S-10310 Stockholm 2

SWITZERLAND  
SUISSE  
SUIZA

H.U. Pfister  
Chef de la section Codex  
Service fédéral de l'hygiène publique  
Haslerstr. 16, Berne

P. Koch  
Vice Director  
Federal Office of Weights and Measures  
CH-3084 Wabern  
Lindenweg 50

SWITZERLAND (cont.)

R. Lehner  
Dr. Chem. Ing.  
Nestlé Products Technical Assistance Co.  
CH-1814 La Tour-de-Peilz

J.C. de Man  
Head of Control Laboratory  
Nestlé Products Technical Assistance Co.  
CH-1814 La Tour-de-Peilz

UNITED KINGDOM  
ROYAUME-UNI  
REINO UNIDO

N.K.S. Baker  
Principal, Food Standards Division  
Ministry of Agriculture, Fisheries and  
Food  
Great Westminster House  
Horseferry Road  
London SW 1 P 2AE

L.E. George  
Principal Scientific Officer  
Food Science Division  
Ministry of Agriculture, Fisheries and  
Food  
Great Westminster House  
Horseferry Road  
London SW 1 P2AE

R. Sawyer  
Superintendent  
Food and Nutrition Division  
Laboratory of the Government Chemist  
Cornwall House  
Stamford Street  
London SE 1 9NQ

A.W. Panario  
Controller, Weights and Measures Service  
Standards, Weights and Measures Division  
Department of Trade and Industry  
26 Chapter Street  
London SW 1

P. Lindley  
Manager Quality Control Laboratory  
The Nestlé Co., Ltd.  
St. Georges House  
Croydon, Surrey

UNITED STATES OF AMERICA  
ETATS-UNIS D'AMERIQUE  
ESTADOS UNIDOS DE AMERICA

W. Horwitz  
Deputy Director  
Office of Science, Bureau of Foods  
Food and Drug Administration  
200 C. Street, SW  
Washington D.C. 20204

R.S. Elder  
Statistical Staff  
AMS/USDA  
Room 1755 S Agriculture Building  
Washington D.C. 20250

J.A. Yeransian  
Sr. Laboratory Manager  
Analytical Laboratory  
General Foods Technical Center  
250 North Street  
White Plains, New York 10625

P. Khan  
Director of Food Protection  
ITT Continental Baking Co., Inc.  
N.P.O. Box 731  
Rye, New York 10580

R.P. Farrow  
Assistant Director  
Washington Research Laboratory  
National Canners Association  
1133 20th Street N.W.  
Washington D.C. 20036

INTERNATIONAL ORGANIZATIONS  
ORGANISATIONS INTERNATIONALES  
ORGANIZACIONES INTERNACIONALES

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL  
CHEMISTS (AOAC)

W. Horwitz  
Deputy Director  
Office of Science, Bureau of Foods  
Food and Drug Administration  
200 C Street SW  
Washington D.C. 20204

J.P. Barrette  
Analytical Methodology Laboratory  
Production and Marketing Branch  
Department of Agriculture  
Ottawa, Ontario K1A 0C 5

EUROPEAN ECONOMIC COMMUNITY (EEC)

Mlle O. Demine  
Administrateur à la Direction Générale  
de l'Agriculture  
"Harmonisation des dispositions  
législatives des produits végétaux et  
alimentaires"  
Commission des Communautés Européennes  
200 rue de la Loi  
1040 Bruxelles  
Belgium

Mlle E. Mutschlechner  
Administrateur  
Secrétariat Général  
Conseil des Communautés Européennes  
170 rue de la Loi  
1040 Bruxelles  
Belgium

INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED  
CHEMISTRY (IUPAC)

H. Guthenberg  
Head of Laboratory  
Swedish Customs  
Fack, S-10310, Stockholm 2  
Sweden

NORDISK METODIKKOMITTEE FOR LIVSMEDEL  
(NMKL)

H. Guthenberg  
Head of Laboratory  
Swedish Customs  
Fack, S-10310, Stockholm 2  
Sweden

INTERNATIONAL FEDERATION OF FRUIT JUICE  
PRODUCERS (IFJU)

Y. Menoret  
Directeur de l'Institut de Recherches  
Appliquées aux Boissons  
87 rue de Paris  
93 Montreuil  
France

INTERNATIONAL ASSOCIATION FOR CEREAL  
CHEMISTRY (ICC)

F. Schweitzer  
Zentraldirektor  
Generalsekretar ICC  
Schmidgasse 3-5  
Schwechat  
Austria

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR  
STANDARDIZATION (ISO/TC 34)

Dr. M. Kocsis  
Technic. Director  
Ullői ut 25  
Budapest IX  
Hungary

P. Kiss  
Principal Officer  
Ullői ut 25  
Budapest IX  
Hungary

Mrs. A. Sándor  
Principal Officer  
Ullői ut 25  
Budapest IX  
Hungary

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF  
THE UNITED NATIONS (FAO)

L.G. Ladomery  
Food Standards Officer  
FAO/WHO Food Standards Programme  
FAO, Rome 00100  
Italy

INTERNATIONAL SECRETARIAT FOR THE  
INDUSTRIES OF DIETETIC FOOD PRODUCTS (ISI)

F. Frede  
Stellvertreter Geschäftsführer des  
Bundesverbandes der diätetischen  
Lebensmittelindustrie eV.  
Kelleheimer Str.10  
638 Bad Homburg  
Federal Republic of Germany

HUNGARIAN SECRETARIAT

A. Miklovicz  
Director  
Chairman of the Hungarian Codex Committee  
Ministry of Agriculture and Food  
Budapest 1355. POB 8  
Hungary



HUNGARIAN SECRETARIAT (Cont.)

T. Zoltán  
Special Adviser to the Chairman  
Head of Section  
Municipal Institute of Food Control and Chemistry  
Városház ut 9-11  
Budapest V  
Hungary

L. Fischer  
Principal Officer  
EVIKI  
Budapest 1355 POB 8  
Hungary

A. Benkó  
Administrator  
EVIKI  
Budapest 1355 POB 8  
Hungary

M. Rontó  
Administrator  
EVIKI  
Budapest 1355 POB 8  
Hungary

-----

ALINORM 74/23  
ANNEXE II

RAPPORT DU GROUPE DE TRAVAIL AD HOC SUR LE MANDAT DU COMITE ET LES PRINCIPES GENERAUX  
DE L'ELABORATION DES METHODES CODEX D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

Le Groupe de travail ad hoc, constitué de MM. F.E. Peters (Australie), M. Bergström-Nielsen (Danemark), William Horwitz (Etats-Unis) et James Yeransian (Etats-Unis) était chargé d'examiner les procédures en vigueur concernant la confirmation des méthodes Codex d'analyse, et en particulier:

(a) La proposition du Danemark tendant à autoriser le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) à axer ses efforts sur les méthodes générales d'analyse; et

(b) La proposition des Etats-Unis tendant à fixer avec précision le fonctionnement administratif des comités du Codex lors du choix, de l'examen et de la confirmation des méthodes d'analyse, de la sélection statistique des échantillons, et au cours des opérations techniques visant à l'obtention d'un échantillon analytique.

Le Groupe de travail ad hoc se déclare satisfait du libellé actuel du mandat et des principes généraux. Il juge en effet que ces textes constituent toujours d'excellents guides à suivre dans le choix de méthodes d'analyse et d'échantillonnage appropriées pouvant servir de méthodes d'arbitrage internationales. Ces textes pourtant n'ont pas été étudiés ni systématiquement appliqués par les comités de produits et par le Comité des méthodes d'analyse et d'échantillonnage. Aussi le Groupe de travail ad hoc recommande-t-il que le Comité des méthodes d'analyse et d'échantillonnage attire l'attention de la Commission sur la nécessité de rappeler aux comités de produits qu'ils sont tenus de suivre les "Principes généraux pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex" afin d'éviter d'avoir à rejeter des méthodes qui n'auraient pas été choisies en conformité des critères et considérations qui sont énoncés aux pages 63-65 de la deuxième édition du "Manuel de procédure" de la Commission du Codex Alimentarius.

"Les méthodes d'analyse et d'échantillonnage qui figurent dans le Codex Alimentarius sont des méthodes internationales d'arbitrage destinées à être utilisées en cas de litige". Pour déterminer si une méthode répond à cette définition, il est essentiel de recueillir des données démontrant la fiabilité des méthodes Codex proposées ou approuvées, et cela grâce à des études interlaboratoires, ayant de préférence un caractère international. C'est uniquement si une méthode peut être appliquée par différents laboratoires avec l'assurance que les mêmes valeurs seraient obtenues avec le même échantillon que l'on est fondé à croire à l'efficacité de cette méthode pour résoudre un litige. Les comités de produits, les pays et diverses organisations ont pris l'habitude de soumettre des méthodes d'analyse au CCMAS sans y joindre de documentation qui lui permette d'étayer sa décision d'approuver la méthode, décision qui devrait s'appuyer sur des considérations de fiabilité et d'applicabilité. Voici, à l'usage des comités de produits, quelques indications sur le type de documentation qui devrait être annexée à toute demande de confirmation:

1. Pour toutes les méthodes

a) Références des publications qui décrivent l'origine, le développement et l'utilisation de la méthode, ou article de synthèse contenant de tels renseignements.

b) Résultats d'études interlaboratoires comportant l'analyse de plusieurs échantillons identiques par un certain nombre de laboratoires différents, par exemple six échantillons distincts et cinq laboratoires différents.

2. Application de méthodes confirmées à d'autres produits

Dans le cas des méthodes générales déjà approuvées et confirmées pour des normes Codex concernant d'autres produits, il s'agit seulement de démontrer que leurs possibilités d'application sont plus larges, à condition que la confirmation initiale ait été suffisamment bien motivée. (Un exemple est fourni par la méthode générale de dosage des chlorures que les Etats-Unis ont proposée dans le cas des aliments pour nourrissons et enfants en bas âge, et qui s'inspire de la méthode confirmée servant au dosage du sel dans le concentré de tomate traité, laquelle repose sur une méthode AOAC ayant fait l'objet d'études interlaboratoires. Une preuve additionnelle de l'applicabilité de la méthode proposée à d'autres produits est fournie dans le document CX/MAS 73/7, Annexe I.)

3. Application de méthodes susceptibles d'avoir un caractère général

Sur la base d'une étude de la documentation technique et après vérification de leur conformité aux critères pour le choix des méthodes d'analyse énumérés dans le "Manuel de procédure" de la Commission du Codex Alimentarius, des méthodes susceptibles d'avoir un caractère général peuvent être retenues pour adoption et soumises aux comités de produits en tant que méthodes recommandées pour la détermination de tel ou tel constituant dans des normes déjà approuvées, à l'étude ou à l'état de projet. Les comités de produits peuvent aussi recommander des méthodes susceptibles d'avoir un caractère général. En ce qui concerne la documentation requise, on peut citer à titre d'exemple les méthodes des normes visant les aliments pour nourrissons et enfants en bas âge et pour les aliments pauvres en sodium dont il est question aux paragraphes 23 à 62 du document ALINORM 72/23. De nombreux documents de travail ont été préparés par les Etats-Unis pour prouver leur applicabilité.)

4. Application de méthodes spécifiques

a) Des méthodes spécifiques pour un produit déterminé, accompagnées de données pertinentes, sont acceptables en l'absence d'une méthode générale ou quand, pour diverses raisons, la méthode générale ne peut être appliquée ou n'est pas aussi satisfaisante.

b) Dans le cas d'une méthode spécifique pour un produit déterminé, par exemple les procédés de décongélation et de cuisson du poisson (CAC/RM 40-1971), qui ne saurait guère être appliquée de manière générale à d'autres produits, le comité Codex s'occupant du produit en question peut demander que le Comité des méthodes d'analyse et d'échantillonnage renonce à l'examiner.

c) Les méthodes reconnues - de préférence celles élaborées par des organisations internationales - mais non étayées par des données pertinentes, ne devraient être confirmées qu'à titre provisoire, dans l'attente des renseignements indispensables.

d) Dans la plupart des cas, quand un comité Codex des produits ne propose pas de méthode générale, il doit en indiquer les raisons.

#### 5. Analyse de la documentation

a) Quand plusieurs méthodes existent, de valeur apparemment égale, il faudrait préparer un document de synthèse indiquant les principes de ces méthodes, leur portée et leur champ d'application, leur fiabilité, leur sensibilité et leur pouvoir de détection, les interférences possibles, leur rapidité et l'économie éventuelle de réactifs et d'appareillage. (A titre d'exemples, on peut citer le document canadien sur les métaux, CX/MAS 70/C/2; l'exposé récapitulatif de la République fédérale d'Allemagne sur les méthodes pour les jus de fruits, CODEX/ANALYS/67-2; la synthèse de l'OICC sur les méthodes pour les produits cacaoés et le chocolat, CODEX/ANALYS/67-3; et l'étude des Etats-Unis sur le dosage des résidus de solvants, CX/MAS 70/O3, Annexe III.)

b) Si une telle comparaison des méthodes ne permet toujours pas de procéder à un choix, le comité Codex pourrait demander à un pays ou à une organisation de réaliser une étude interlaboratoire internationale afin de comparer les méthodes proposées en les essayant avec un certain nombre d'échantillons représentant de préférence toute la gamme de produits, de concentrations et de substances perturbatrices qui doit être prise en considération. Il faudrait que cette étude soit suffisamment poussée pour que l'on soit raisonnablement assuré de pouvoir prendre une décision après analyse statistique des résultats.

c) Quand un ou plusieurs comités Codex de produits proposent des méthodes différentes pour l'analyse du même constituant dans différents produits, il faudrait leur conseiller d'essayer de recommander une méthode unique applicable aux diverses fins. S'il se révèle impossible de parvenir à une telle coordination, le Comité des méthodes d'analyse et d'échantillonnage, peut confier l'étude du problème au gouvernement d'un Etat Membre ou à une organisation internationale compétente, qui pourra alors recommander une méthode coordonnée à la suite d'un examen d'ensemble ou d'une étude interlaboratoire internationale.

d) Quand il est établi qu'une méthode générale unique est nécessaire pour plusieurs produits (par exemple protéines, sucres, calcium, agents conservateurs, etc.), le Comité des méthodes d'analyse et d'échantillonnage peut demander à des gouvernements ou des organisations volontaires de préparer ou mettre au point la méthode générale d'arbitrage requise. (Par exemple, l'ISO et l'AOAC doivent élaborer conjointement le texte d'une méthode de dosage de la cellulose brute et les protéines brutes - cf. ALINORM 72/23, par. 29 et 30.) Les personnes, organisations et gouvernements intéressés peuvent recommander des méthodes à des commentateurs compétents de ce type qui les passeront en revue et les examineront. (Voir, par exemple, la "Méthode générale - le dosage des chlorures dans les produits alimentaires" proposée par les Etats-Unis en réponse à la demande formulée au paragraphe 10.9 de l'Annexe IV du document ALINORM 74/26.) Les méthodes présentées par des volontaires doivent être accompagnées de données indiquant avec un degré de probabilité raisonnable qu'elles peuvent convenir comme méthodes d'arbitrage pour un certain nombre de produits; mais en l'absence de données d'études interlaboratoires, elles doivent être rejetées, quels qu'en soient les promoteurs. Les méthodes et documents préparés de manière satisfaisante seront envoyés pour examen au(x) comité(s) s'occupant de produits.

e) Les méthodes présentées par les comités Codex de produits ne devraient pas être confirmées si elles ne satisfont pas aux critères primordiaux et s'il existe d'autres méthodes qui répondent bien à ces critères. Les comités de produits devraient soumettre non seulement la méthode recommandée, mais aussi les éléments qui en motivent le choix.

#### 6. Révision d'une méthode adoptée

a) Un comité Codex de produits, un Etat Membre ou une organisation internationale ou encore le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage lui-même peuvent demander la révision d'une méthode adoptée.

b) Quand une demande est adressée au Comité, il faut lui fournir les mêmes renseignements, indiqués plus haut, que dans le cas d'une méthode générale.

c) Le Comité peut charger le gouvernement d'un Etat Membre ou une organisation internationale compétente de procéder à l'étude comparative de la nouvelle méthode où la révision de la méthode existante. Le responsable peut recommander la nouvelle méthode sur la base d'un examen d'ensemble ou organiser une étude interlaboratoire internationale.

d) Il importe qu'aucune révision méthodologique n'oblige à modifier la norme Codex applicable au produit en cause.

ANNEXE III

RAPPORT DU GROUPE DE TRAVAIL AD HOC SUR LES PLANS D'ECHANTILLONNAGE POUR ACCEPTATION  
ET LA DETERMINATION DU CONTENU NET DES PRODUITS EMBALLÉS

INTRODUCTION

1. A la séance d'ouverture de la 8ème session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, tenue à Budapest du 3 au 7 septembre 1973, le Président a suggéré que l'étude détaillée de plans d'échantillonnage appropriés soit confiée à un groupe de travail ad hoc devant se réunir durant la session et constitué des représentants des pays manifestant un intérêt particulier pour ce problème: Autriche, Canada, France, Hongrie, Pays-Bas, Suisse, le Royaume-Uni et Etats-Unis. On a demandé au Groupe de travail ad hoc de préparer des propositions pour la détermination du contenu net, dont le Secrétariat pourrait s'inspirer. A l'invitation du Président du Comité, M. G.E. Anderson (Canada) a accepté d'assumer la présidence du Groupe de travail ad hoc. Le Groupe de travail ad hoc était composé comme suit:

Australie:	M. R.F. Clement
France:	M. G. Janssens
Hongrie:	MM. E. Zukál et J. Kindler
Pays-Bas:	MM. A. Kruysse et M. Osse
Suisse:	MM. P. Koch et R. Lehner
Royaume-Uni:	M. A.W. Panario
Etats-Unis:	MM. P. Khan et R.P. Farrow, en attendant l'arrivée de M. R.S. Elder qui a siégé en qualité de représentant des Etats-Unis.

PREAMBULE

2. Le Président du Groupe de travail ad hoc a demandé aux représentants de la Suisse, MM. Koch et Lehner, de présenter brièvement les principes généraux de leur plan d'échantillonnage car la plupart des membres du Comité n'avaient pas eu l'occasion d'étudier avant l'ouverture de la séance plénière les informations incorporées dans les documents CX/MAS 73/13 et 73/14. Pour l'essentiel, on pourrait dire que le plan suisse est fondé sur un plan d'échantillonnage séquentiel basé sur une méthode de variables en combinaison avec un plan d'attributs. Une des caractéristiques intéressantes du plan suisse réside dans le fait qu'il exige au maximum un échantillon d'une taille de  $n = 25$ . Les plans d'échantillonnage séquentiel étant nécessairement plus efficaces que les plans simples (échantillon de taille fixe), le nombre moyen d'unités à mesurer, ASN, serait à peu près de 10. Cela pourrait bien entendu permettre une économie considérable des frais d'inspection, surtout là où il faut détruire les échantillons pour les contrôler. Un des points clés du plan est que si la moyenne du contenu net du lot est égale au contenu net déclaré, la probabilité de l'acceptation par le plan sera égale ou supérieure à 95%.

3. M. Anderson a présenté un bref document avec des tableaux qui ont servi de correctifs et d'additifs au document CX/MAS 73/13. Il a souligné que le tableau XI figurant dans son document original était erroné à certains égards et devrait être remplacé par le tableau XI qui présente les probabilités d'acceptation de lots avec une composition variable, de sorte que pour un lot comprenant 50% de bons individus, 49% d'individus de qualité marginale et 1% d'individus défectueux, comme défini dans son document, la probabilité d'acceptation serait égale ou supérieure à 99%. M. Anderson a ensuite souligné que la position prise par le Canada a évolué depuis la rédaction du document original en novembre 1971, au point que la probabilité d'acceptation d'un lot semblable à celui qui a été spécifié ci-dessus serait réduite de 99% à environ 50%. La décision de faire cette modification résulte en partie d'une étude sur la possibilité de recourir à un équipement de production capable d'un contrôle extrêmement serré du processus d'emballage de façon qu'un fabricant puisse "viser" une moyenne du lot au-dessous du contenu net déclaré, avec un risque limité de refus.

4. M. R.S. Elder (Etats-Unis) a brièvement esquissé le schéma américain basé sur un plan à variables. D'après ce plan, pour être acceptée, la moyenne d'un échantillon ne doit pas être inférieure au contenu net déclaré, sous réserve en outre qu'aucun individu dans l'échantillon ne soit inférieure à une valeur limite égale au contenu net déclaré, moins une certaine tolérance. M. Elder a fait remarquer que le plan actuellement à l'étude aux Etats-Unis est différent du plan esquissé dans les informations incorporées dans le document CX/MAS 73/13 et 73/14 et diffère également du plan d'échantillonnage publié pour observations dans le U.S. Federal Register du 18 décembre 1971.

5. Après quelques discussions, M. Elder et M. Anderson ont admis que leurs plans d'échantillonnage, bien que fort différents en principe, donneraient en pratique des courbes d'efficacité très semblables.

6. Le Royaume-Uni s'en tient à la loi de 1963 sur les poids et mesures qui stipule que le poids d'aucun individu ne peut être inférieur au poids déclaré. Dans la pratique, cependant, les représentants officiels du Royaume-Uni ont interprété cette clause, après avoir consulté l'industrie britannique, comme sous-entendant que pas plus de 2,5% de tous les individus ne devraient être inférieurs au poids déclaré, sous réserve en outre que pas plus d'un individu "considérablement" défectueux sur 1000 ne devrait être produit. Le sens de l'adverbe "considérablement" a été délibérément laissé imprécis, car on a estimé que tribunaux pourraient avoir des opinions différentes selon les produits considérés. Pourtant, à titre d'orientation générale, 2% de défectuosité ont été proposés. On a constaté en pratique - par les décisions des tribunaux - que ce taux était essentiellement conforme aux intentions du législateur.

7. Le représentant des Pays-Bas, M. A. Krusse, a indiqué que la position prise par son pays était presque identique à celle du Royaume-Uni. Ainsi, la loi néerlandaise sur les denrées alimentaires exige que chaque individu soit conforme aux prescriptions, c'est-à-dire que le poids net de chaque individu ne soit pas inférieur au poids déclaré. Dans la pratique, toutefois, une petite portion du lot peut contenir moins que le contenu net déclaré. En conséquence, la moyenne du contenu net du lot doit être supérieure à la valeur officielle.

8. Le délégué de l'Australie, M. Clement, a déclaré que, malgré l'absence d'une législation uniforme dans toute l'Australie, un système très semblable à celui proposé par les Etats-Unis était à l'étude. En fait, la seule différence entre les plans proposés par les Etats-Unis et l'Australie est la taille de l'échantillon. Ainsi, il y a essentiellement trois types de plans:

- a. ceux qui visent à offrir le maximum de protection au consommateur;
- b. ceux qui soulignent le besoin de prouver, en toute certitude, que le lot n'est pas conforme avant de prendre des mesures juridiques;
- c. ceux qui proposent une position intermédiaire en mettant les risques du producteur et du consommateur à égalité, soit 50%, pour un lot dont la moyenne est égale au poids déclaré.

Points sur lesquels on s'est mis d'accord

9. L'uniformité de vue a été obtenue pour les points suivants:

- 1) Pour tous les plans, la moyenne du lot doit être égale ou supérieure au poids déclaré.
- 2) Il faudrait qu'il y ait au moins une limite inférieure, c'est-à-dire un contenu net " $L_a$ " égal au contenu déclaré moins "e", "e" étant une tolérance.
- 3) La tolérance "e" devrait en général décroître en pourcentage du contenu déclaré "D" quand "D" augmente.
- 4) Il faut tenir compte dans une certaine mesure de la facilité ou de la difficulté du remplissage quand on cherche à fixer les valeurs de "e".

5) Les comités Codex de produits intéressés devraient établir les valeurs de "e" sans oublier la possibilité que différentes denrées alimentaires peuvent ne pas différer essentiellement en ce qui concerne la facilité ou la difficulté des opérations de remplissage.

6) Il serait désirable de grouper les denrées de telle sorte qu'il y ait au plus deux ou trois séries de tolérances "e" valables pour tous les produits.

7) Les valeurs choisies pour "e" devraient être reconnues comme étant dépendantes des valeurs choisies pour "p", comme indiqué au point 9 ci-dessous.

8) Les valeurs de "e" devraient être présentées sous forme de table ou de graphique, comme des valeurs absolues ou des pourcentages du contenu net déclaré pour chaque série de tolérances et pour chaque valeur ou groupe de valeur de contenus nets déclarés.

9) La valeur "p", c'est-à-dire le pourcentage maximal admissible dans le lot d'individus inférieurs à la limite " $L$ ", devrait être une valeur unique pour toutes les denrées alimentaires et pour toutes les valeurs de "e". Ainsi, "p" pourrait être égal à 5%, comme en Suisse, à 2,5% comme dans la proposition de la CEE, ou 1% comme au Canada.

10) En sus de la limite " $L$ ", on pourrait aussi spécifier une limite inférieure absolue " $L_b$ " au-dessous de laquelle le contenu net d'aucun individu ne peut être situé. " $L_b$ " sera évidemment toujours inférieure à " $L$ ". " $L_b$ " peut être exprimé comme  $L_b = D - h.e.$  La valeur "h" devrait être en rapport avec la valeur "p", mais probablement sans dépasser 2,5.

11) Il est convenu que les statistiques mathématiques de tous les plans devraient reposer sur l'hypothèse d'une grandeur du lot infinie.

#### POINTS NON RESOLUS

10. Il apparaît qu'un accord sur un plan doit dépendre de la spécification d'une courbe d'efficacité acceptable pour toutes les parties. Si l'on pouvait convenir d'une telle courbe, on pense que la méthode d'échantillonnage à utiliser, c'est-à-dire par attributs, par variables ou par quelque combinaison d'attributs et de variables, n'aurait pas d'importance critique du point de vue purement statistique, à condition que les résultats de cette méthode soient conformes à la courbe agréée. D'autres facteurs, comme les considérations économiques, le genre de personnel utilisé, la simplicité des méthodes d'inspection, l'exigence d'avoir des examens destructifs ou non, etc., devraient influencer les détails de la méthode choisie.

11. Cependant, aucun accord n'a pu être réalisé concernant une courbe d'efficacité convenable. Essentiellement, deux points de vue divergents ont été exprimés. Le premier est celui de la délégation suisse qui désire spécifier une courbe d'efficacité qui accepterait avec 95% de probabilité un lot dont la moyenne correspond au poids déclaré. Il faut noter que le point de vue suisse est partagé par la République fédérale d'Allemagne et a été proposé pour adoption par la Commission de la CEE. Le second point de vue, exprimé par le Canada, les Etats-Unis et l'Australie, spécifie une courbe d'efficacité qui accepterait avec une probabilité de 50% un lot dont la moyenne est égale au contenu net déclaré, c'est-à-dire que la valeur déclarée pourrait être considérée comme la "qualité indifférente" ou QI.

12. Ainsi, les plans des Etats-Unis et du Canada exigeraient des fabricants un remplissage plus élevé que le plan suisse. De même, les exigences légales des Pays-Bas et du Royaume-Uni demanderaient un surdosage encore plus élevé de la part des remplisseurs.

13. La question de la variation de la grandeur de l'échantillon en relation avec la grandeur du lot a été abondamment discutée, mais aucun accord n'a pu être atteint. On a estimé que la discussion pourrait être reprise lors d'une prochaine réunion.

RECOMMANDATIONS

14. Le Groupe de travail ad hoc a pris note de la décision concernant l'interprétation du "contenu net" donnée à la réunion du Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires à Ottawa en mai-juin 1973. Ce dernier a décidé que la déclaration devait être basée sur le "contenu moyen". En tenant compte de cette définition, le Groupe de travail ad hoc recommande ce qui suit:

1) les documents corrigés CX/MAS 73/13 et 73/14, accompagnés du présent rapport, devraient être communiqués à tous les pays membres de la Commission. Les gouvernements devraient, en particulier, être priés de donner leur avis sur les deux points suivants:

a) laquelle des deux conceptions sur l'échantillonnage pour le poids net moyen, exposées aux alinéas (b) et (c) du paragraphe 8 de la section du présent rapport intitulée "Préambule" est préférée ?

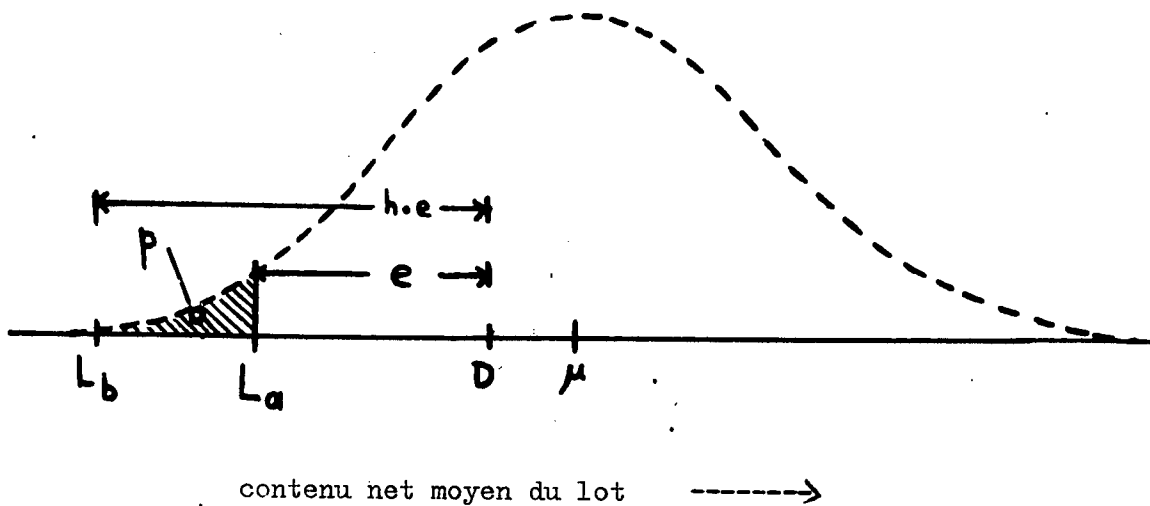
b) est-ce que les 11 points exposés au paragraphe 9 de la section "Points sur lesquels on s'est mis d'accord" sont acceptables ?

2) Afin de montrer objectivement et complètement les incidences de ces remarques générales, il serait souhaitable de mettre au point une série de courbes d'efficacité pour chaque plan et pour un choix de tolérances, une gamme de poids nets et d'autres points critiques, selon qu'on le jugera souhaitable. Il est par conséquent recommandé que le Groupe de travail ad hoc poursuive ses activités jusqu'à la prochaine réunion, moment où de telles courbes pourront être soumises aux membres du comité plénier pour distribution et commentaires.

3) Le Président du Comité devrait être prié de suggérer des arrangements de travail convenables pendant la période intermédiaire, afin que ces calculs puissent être exécutés.

Le diagramme suivant pourrait être utile pour définir certains termes utilisés dans le rapport.

Distribution du contenu net du lot  
supposé normal ou presque normal



$D$  = Déclaration du contenu net du lot

$\mu$  = Contenu net moyen du lot: il figure dans le diagramme ci-dessus à droite de  $D$ , mais il pourrait être situé à sa gauche ou coïncider avec lui.

$L_a$  = Première limite inférieure  $L_a + e = D$

$L_b$  = Deuxième limite inférieure, absolue, au dessous de laquelle aucun individu ne devrait se trouver  $L_b + h \cdot e = D$

$e$  = tolérance admissible.

$p$  = pourcentage des unités du lot spécifié comme admissible au-dessous du point  $L_a$ .



DOSAGE DU SODIUM ET DU POTASSIUM DANS LES DENREES ALIMENTAIRES

1. CHAMP D'APPLICATION: Méthode générale de dosage du sodium et du potassium dans les denrées alimentaires, y compris les aliments pauvres en sodium.
2. PRINCIPE: Evaporation et dessiccation du produit, si besoin est, et minéralisation. Solubilisation du résidu dans un acide et, si nécessaire, dilution jusqu'à obtention d'une concentration de sodium et/ou de potassium pouvant être déterminée dans un photomètre de flamme. Dans certains cas, le dosage peut se faire directement sur des aliments liquides ou des extraits aqueux. Si la quantité de potassium présente dans la denrée risque de perturber le dosage du sodium, ajouter aux solutions titrées de sodium la quantité mesurée de potassium afin d'établir une courbe étalon corrigée en fonction du potassium.
3. REACTIFS
  - 3.1 Solution titrée mère de sodium - - 1,000 g Na/l. Dessécher du NaCl de qualité analytique à 100°C pendant toute une nuit. Dissoudre 2,5422 g dans H<sub>2</sub>O et diluer à 1 litre avec H<sub>2</sub>O.
  - 3.2 Solution titrée intermédiaire de sodium - - 100 mg Na/l. Diluer 10 ml de solution mère à 100 ml avec H<sub>2</sub>O.
  - 3.3 Solutions titrées de travail de sodium - - Diluer 1, 2, 4, 6, 8 et 10 ml de solution titrée intermédiaire à 100 ml afin d'obtenir des solutions contenant 1, 2, 4, 6, 8 et 10 parties de Na par million. Conserver en flacons de polyéthylène. Selon les besoins, préparer d'autres solutions de travail appropriées pour l'appareil utilisé.
  - 3.4 Solution titrée mère de potassium - - 1,000 g K/l. Dessécher du KCl de qualité analytique à 100°C pendant toute une nuit. Dissoudre 1,9068 g dans H<sub>2</sub>O et diluer à 1 litre avec H<sub>2</sub>O.
  - 3.5 Solution titrée intermédiaire de potassium - - 100 mg K/l. Diluer 10 ml de solution mère à 100 ml avec H<sub>2</sub>O.
  - 3.6 Solutions titrées de travail de potassium - - Diluer 1, 2, 4, 6, 8 et 10 ml de solution titrée intermédiaire à 100 ml afin d'obtenir des solutions contenant 1, 2, 4, 6, 8 et 10 parties de K per million. Conserver en flacons de polyéthylène. Selon les besoins, préparer d'autres solutions de travail appropriées pour l'appareil utilisé.
  - 3.7 Solution titrée de lithium - - 1,000 g Li/l (1 000 ppm). Dissoudre 6,108 g de LiCl dans H<sub>2</sub>O et diluer à 1 litre. A n'utiliser qu'avec des appareils fonctionnant avec un témoin interne.
4. APPAREILLAGE
  - 4.1 Photomètre de flamme - - Instrument permettant de mesurer convenablement 1 à 10 parties de sodium par million à 589 nm et 1 à 10 parties de potassium par million à 768 nm. (L'appareil Beckman DU à flamme d'exyhydrogène et avec tube photomultiplicateur donne de bons résultats.) On peut aussi utiliser un appareil à témoin interne de LiCl. Pour le fonctionnement, suivre les indications fournies par le constructeur.
5. PREPARATION DE L'ECHANTILLON
  - 5.1 Dosage direct (vins, eau minérale, etc.) - - Si besoin est, diluer l'échantillon avec H<sub>2</sub>O afin d'abaisser la concentration de Na et/ou de K à une valeur correspondant au domaine d'utilisation du photomètre de flamme.

- 5.2 Filtrat aqueux (fruits et produits dérivés) -- Dans un b cher de 1,5 ou 2 litres, introduire 300 g de fruits frais ou une quantit   quivalente de fruits s ch s, de fruits en conserve, de jus de fruits, de confiture, de marmelade, etc. apr s r duction en p te ou homog nisation dans un m langeur ou un broyeur m canique. Ajouter environ 800 ml d'H<sub>2</sub>O et laisser bouillir pendant 1 heure, en rempla ant de temps   autre l'eau  vapor e. Transvaser dans un flacon jaug  de 2 litres, laisser refroidir, diluer au trait de jauge et filtrer. Proc der au dosage sur le filtrat. (Des quantit s proportionnellement moindres peuvent  tre utilis es.)
- 5.3 Solution acide de cendres (autres aliments) -- Mineraliser la quantit  sp cifi e de l' chantillon (tableau 5.5) dans une capsule de platine, vycor ou autre mat riau inerte exempt de sodium et de potassium,   525-550 C jusqu'  ce que les cendres ne contiennent plus de carbone. Dissoudre dans HNO<sub>3</sub> ou HCl 0,1 N, filtrer dans un flacon jaug  de 200 ml, rincer et laver la capsule et le filtre, et porter au trait de jauge.
- 5.4 Variante: Mineraliser la quantit  sp cifi e de l' chantillon   525-550 C pendant 1-2 heures, reprendre le r sidu avec 50 ml d'HNO<sub>3</sub> ou HCl 0,1 N, filtrer et laver avec l'acide 0,1 N jusqu'  l'obtention d'un volume d'environ 100 ml. Remettre le papier et le carbone non calcin  dans la capsule et mineraliser   nouveau jusqu'  ce qu'il n'y ait plus de carbone. Dissoudre les cendres restantes dans environ 50 ml environ de l'acide 0,1 N et filtrer dans le filtrat pr c dent, laver avec l'acide et porter le volume final   200 ml.

5.5 DENREE

TAILLE DE L'ECHANTILLON

Poudre � lever	2,5 g
Bi�re	50 ml
Boissons et concentr�s	5-10 g
Pain	2 g
Beurre, fromage, cr�me glac�e	3- 5 g
Produits cacaot�s (exempts d'eau, de sucre, de graisse)	1 g
Produits c�r�aliers, farine	3- 5 g
Caf�, th�, mo�t de bi�re	5-10 g
Oeufs et produits d�riv�s	5 g
Poisson et produits de la mer	4 g
Aromatisants	10 ml
G�latine et pr�parations pour dessert	2,5 g
Grains	5-10 g
Aliments pauvres en sodium	10 g
Viande et produits carn�s	2- 3 g
Lait et produits liquides (cr�me, lait concentr�, lait concentr� sucr�)	5 g
Laits en poudre	1 g
Fruits � coque et produits d�riv�s	2- 3 g
Mati�res grasses	5 g
Plantes	5-10 g
Sirops, sucres	5-10 g
Epices	2 g
Produits v�g�taux transform�s	2- 3 g

6. MODE OPERATOIRE

- 6.1 Dosage du sodium en l'absence de quantit s perturbatrices de potassium -- Si besoin est, diluer la solution d' chantillon afin d'abaisser la concentration de Na   une valeur correspondant au domaine d'utilisation du photom tre de flamme (de pr f rence 4-10 ppm). Pulv riser la solution directement dans la flamme et noter le r sultat obtenu. De m me, pulv riser les solutions titr es de travail dans la flamme, noter les r sultats et  tablir la courbe d' talonnage. Lors de l'analyse d'une s rie d' chantillons, pulv riser   intervalles appropri s au moins une solution titr e de travail afin de v rifier la stabilit  de l'instrument.

Calculer et exprimer les résultats en mg de Na pour 100 g d'échantillon ou en ppm de Na.

Si l'instrument utilisé est du type à témoin interne, ajouter la quantité voulue de la solution titrée de LiCl, selon les indications données, dans la solution d'échantillon et dans toutes les solutions titrées de travail afin de porter le volume à sa valeur finale par dilution.

- 6.2 Dosage du potassium -- Si besoin est, diluer la solution d'échantillon afin d'abaisser la concentration de K à une valeur correspondant au domaine d'utilisation du photomètre de flamme. Poursuivre comme indiqué en 6.1 en utilisant les solutions titrées de travail de potassium et la longueur d'onde appropriée.
- 6.3 Dosage du sodium en présence de quantités perturbatrices de potassium -- Doser Na et K comme indiqué en 6.1 et 6.2. Refaire le dosage de Na avec une nouvelle série de solutions titrées de travail de sodium contenant 1-10 ppm de Na et la concentration de K calculée en 6.2. Déterminer la concentration de Na en utilisant les solutions titrées de Na-K.

## 7. TRAITEMENTS DE MINERALISATION SPECIAUX

- 7.1 Produits secs -- Humecter avec quelques gouttes d' $H_2O$  et répartir la substance solide uniformément sur le fond de la capsule. Sécher sur bain de vapeur et placer la capsule à l'entrée d'un moufle de manière que l'échantillon brûle sans s'enflammer. Puis mineraliser comme indiqué en 5.3.
- 7.2 Huiles et produits très gras -- Commencer par chauffer à faible température pour éliminer les fumées de graisse sans combustion; pousser ensuite la chauffe à la température prescrite.
- 7.3 Produits à forte teneur en sucre -- Chauffer l'échantillon sur bain de vapeur ou sous lumière infra-rouge jusqu'à élimination d' $H_2O$  et début de caramélisation. Ajouter quelques gouttes d'huile d'olive pure aux échantillons de faible pureté pour empêcher les projections. Poursuivre le chauffage sous la lampe IR jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de gonflement. Placer ensuite dans le moufle préalablement chauffé.

## 8. CAS PARTICULIER DES PRODUITS A TENEUR EN CALCIUM SUFFISANTE POUR PERTURBER LE DOSAGE

Lorsque la concentration du calcium est telle qu'elle perturbe le dosage du sodium et/ou du potassium, déterminer la quantité de calcium présente comme indiqué pour le potassium en 6.2, en utilisant une longueur d'onde de 423 nm et une solution titrée de calcium (1,000 g Ca/l, convenablement diluée, préparée avec 2,500 g de  $CaCO_3$  dissous dans un léger excédent d'HCl dilué, puis diluée jusqu'à obtention de 1 litre). Refaire le dosage du sodium (ou du potassium) comme indiqué en 6.3 à ceci près qu'il convient d'ajouter la quantité équivalente de solution titrée de calcium à la solution titrée de Na (ou de K).