



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. Tel. 5797



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

F

(Cx 4/50.3)

ALINORM 70/23
Original: Anglais
Janvier 1970

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS
Septième session

Rome, 7-17 avril 1970

RAPPORT DE LA CINQUIÈME SESSION
DU
COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

Cologne, 1-6 décembre 1969

Les Annexes suivantes sont jointes au présent rapport:

- | | |
|------------|---|
| Annexe I | Liste des participants |
| Annexe II | Liste des documents |
| Annexe III | Alumine basique (pour l'analyse des huiles d'olive) |
| Annexe IV | Méthodes d'analyse pour les denrées surgelées |
| Annexe V | Guide pour la rédaction des méthodes Codex d'échantillonnage |
| Annexe VI | Rapport du premier groupe ad hoc sur l'échantillonnage |
| Annexe VII | Rapport du deuxième groupe ad hoc sur l'état
d'avancement des dispositions d'étiquetage des normes
Codex. |

Symboles utilisés pour indiquer l'origine
des méthodes:

- A.O.A.C. Official methods of Analysis of the
Association of Official Agricultural
Chemists
- F.I.J.U. Méthodes d'analyse de l'Union internationale
des fabricants de jus de fruits
- I.S.O. Méthodes de l'Organisation internationale
de normalisation
- O.I.V. Méthodes d'analyse de l'Office international
de la vigne et du vin

TABLE DES MATIERES

	<u>Page</u>	<u>Paragraphe</u>
<u>PREMIERE PARTIE</u>		
- Introduction	1	1
- Adoption de l'ordre du jour	1	2
- Designation des rapporteurs	1	3
<u>DEUXIEME PARTIE</u>		
Questions découlant du rapport de la sixième session de la Commission du Codex Alimentarius		
a) Amendements aux Directives à l'usage des Comités du Codex	1	4
b) Principes généraux pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex	2	6
c) Méthodes d'analyse pour le sucre en poudre	2	8
d) Numérotation et présentation uniformes de tous les documents Codex	3	9
<u>TROISIEME PARTIE</u>		
Méthodes d'analyse dans les normes pour les graisses et les huiles		
Huile d'olive	3	10-14
Huile de moutarde	4	15,16
Margarine	4	17,18
<u>QUATRIEME PARTIE</u>		
Méthode d'analyse dans les normes pour les jus de fruits	5	19-47
<u>CINQUIEME PARTIE</u>		
Méthodes d'analyse dans les normes pour les denrées surgelées à l'étape 8	11	48-53
<u>SIXIEME PARTIE</u>		
Méthodes d'analyse dans les normes pour les fruits et légumes traités	12	54-64
<u>SEPTIEME PARTIE</u>		
Méthodes d'analyse dans les normes pour les poissons et les autres produits de la pêche	14	65,66
<u>HUITIEME PARTIE</u>		
Méthodes d'analyse dans les normes pour les champignons comestibles et produits dérivés, les champignons comestibles séchés et les chanterelles fraîches	14	67

	<u>Page</u>	<u>Paragraphe</u>
<u>NEUVIEME PARTIE</u>		
Plans d'échantillonnage des denrées alimentaires préemballées et procédés techniques de prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires	15	68-75
<u>DIXIEME PARTIE</u>		
Plan type pour les méthodes d'analyse du Codex	16	76
<u>ONZIEME PARTIE</u>		
Méthodes d'analyse pour la norme régionale européenne recommandée pour le miel	17	77-83
<u>DOUXIEME PARTIE</u>		
Méthodes d'analyse dans la norme pour les eaux minérales naturelles	18	84-86
<u>TREIZIEME PARTIE</u>		
Détermination de la teneur en sodium des aliments diététiques ou de régime pauvres en sodium	19	87
<u>QUATORZIEME PARTIE</u>		
Uniformisation des méthodes d'analyse sensorielle	19	88-90
<u>QUINZIEME PARTIE</u>		
Méthodes d'analyse généralement applicables au Codex Alimentarius	20	91
<u>SEIZIEME PARTIE</u>		
Méthodes d'analyse pour les agents de conservation et les antioxygène utilisés dans les aliments (étape 4)	20	92-94
<u>DIX-SEPTIEME PARTIE</u>		
Méthodes de détection et d'identification des colorants utilisés dans les aliments	20	95,96
<u>DIX-HUITIEME PARTIE</u>		
Questions de procédure	21	97-100

COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

Rapport de la cinquième session

PREMIERE PARTIEINTRODUCTION

1. Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a tenu sa cinquième session du 1er au 6 décembre à l'Industrie-und-Handelskammer, Unter Sachsenhausen 10-26, à Cologne, sous la présidence du Professeur R. Franck. Mme Helga Merkel, Abteilungsleiterin, Bundesministerium für Jugend, Familie und Gesundheit, a ouvert la session en soulignant l'importance des travaux du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, qui, a-t-elle fait remarquer, touchent tous les domaines de la normalisation des denrées alimentaires. Mme Merkel souhaite au Comité tout le succès possible pour ses travaux. Assistaient à la réunion 59 délégués et observateurs représentant 22 pays et 13 organisations internationales. La liste des participants figure à l'Annexe I et celle des documents dont le Comité était saisi à l'Annexe II du présent rapport.

ADOPTION DE L'ORDRE DU JOUR

2. Le Comité adopte l'ordre du jour révisé (CODEX/ANALYS/69/A/2-révisé) avec les amendements suivants:
- a) discuter pendant l'étude du point 5(a) de l'ordre du jour une proposition concernant la méthode d'extinction spécifique dans l'UV pour les huiles d'olive;
 - b) différer la discussion du point 6 de l'ordre du jour jusqu'à ce que le procès-verbal de la réunion du groupe de rédaction, qui s'est réuni à Wadenswil du 28 au 29 novembre 1969 pour revoir les méthodes FIJU applicables aux normes pour les jus de fruits, soit disponible dans les langues de travail du Comité;
 - c) examiner au point 11 de l'ordre du jour le document ISO/TC34/WG1 (Secr.9) 17 concernant la présentation type des méthodes d'échantillonnage ISO et l'étudier en début de session;
 - d) réintroduire le point 12 de l'ordre du jour provisoire (CODEX/ANALYS/69/2) concernant la technique de prélèvement d'échantillons d'aliments.

DESIGNATION DES RAPPORTEURS

3. Le Dr. H. Egan de la délégation du Royaume-Uni et M.J. Gosselé, de la délégation belge ont accepté d'assumer les fonctions de rapporteurs et ont été désignés à ce titre par le Comité.

DEUXIEME PARTIEQUESTIONS DECOULANT DU RAPPORT DE LA SIXIEME SESSION DE LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

- a) Amendements aux Directives à l'usage des Comités du Codex
4. Le Comité est informé qu'à sa sixième session, la Commission du Codex Alimentarius a approuvé, sous réserve de quelques amendements, les Directives pour l'élaboration des méthodes Codex d'analyse et d'échantillonnage qu'il avait

proposées. Le texte du paragraphe 13 (c) des Directives concernant les méthodes d'analyse et d'échantillonnage figure aux pages 63 à 65 de la deuxième édition du Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius (document Cx 8/7 - 2ème édition, 1969).

5. Le Comité prend acte du fait qu'à sa treizième session, le Comité exécutif avait demandé des précisions au sujet des méthodes d'analyse microbiologiques. Il note également que la section 13 (c) (v) qui traite des méthodes microbiologiques, indique clairement que ces méthodes sont destinées à contrôler le respect des dispositions en matière d'hygiène. Au cours des discussions, le Comité a fait une distinction entre les méthodes microbiologiques destinées à évaluer et contrôler les risques bactériologiques et les méthodes se rapportant à des normes technologiques telles que la teneur en vitamines. Le Comité approuve le texte adopté par la Commission, mais estime que cette dernière catégorie de méthodes devrait être examinée par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage. Il se pourrait en outre que les sections traitant de l'hygiène dans les normes Codex intéressant les produits contiennent des dispositions n'indiquant pas de méthodes microbiologiques de détermination. Il a été décidé que ces méthodes, par exemple celles qui concernent la détermination des aflatoxines, des impuretés, des moisissures, des débris d'insectes et d'autres éléments inadmissibles, relèvent de la compétence du présent Comité. Il est souhaitable d'apporter des précisions sur cette question et le Comité devrait donc communiquer son avis en la matière au Comité du Codex sur l'hygiène alimentaire pour qu'il puisse faire des observations.

b) Principes généraux pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex

6. Le Comité prend acte du fait que la Commission a examiné, à sa sixième session, la proposition de la délégation du Canada tendant à remplacer à la dernière phrase du premier paragraphe des Principes généraux ci-dessus, les termes "s'il est établi" par les mots "si l'on juge" (voir page 63 de la 2ème édition du Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius et paragraphe 91 du document ALINORM 69/67). La Commission n'a pas pu arrêter de décision dans les conditions actuelles et décidé de réexaminer cette question plus en détail en cas de besoin.

7. Le Comité ne disposant pas d'installations de laboratoire, reconnaît qu'il peut seulement se rapporter aux travaux effectués par d'autres organismes pour juger de l'équivalence des méthodes, mais que les Etats Membres pourraient organiser des études conjointes de temps à autre. Le Comité est convenu de ne pas modifier le texte comme l'avait proposé la délégation du Canada.

c) Méthodes d'analyse pour le sucre en poudre

8. A sa sixième session, la Commission avait chargé le Comité d'examiner les méthodes d'analyse pour le sucre en poudre que doit élaborer l'ICUMSA. Les méthodes déjà confirmées pour les critères de qualité du sucre blanc seront également recommandées par l'ICUMSA pour le sucre en poudre. Le Secrétariat a déclaré que ces méthodes d'analyse pourraient être mises à la disposition du Comité pour sa prochaine session. Le Comité est convenu de poursuivre l'étude de cette question lorsque les méthodes seront disponibles.

d) Numérotation et présentation uniformes de tous les documents Codex

9. Le Comité est informé que le Secrétariat a entrepris d'uniformiser la préparation des documents Codex (voir par. 93 du document ALINORM 69/67) et qu'à sa quatorzième session, le Comité exécutif a adressé des recommandations à ce sujet à la Commission (document ALINORM 70/3, paragraphe 33 et Annexe I). Quelques délégations se sont déclarées déconcertées par la complexité de la numérotation des documents de la présente session. Il a été précisé que cela était inévitable du fait que plusieurs documents qui avaient été préparés pour des sessions d'autres Comités du Codex servaient également de documents de travail au présent Comité. Le Secrétariat informe le Comité que cette question sera discutée à la prochaine session de la Commission du Codex Alimentarius.

TROISIEME PARTIE

METHODES D'ANALYSE DANS LES NORMES POUR LES GRAISSES ET LES HUILES

HUILES D'OLIVE

a) Résidus de solvants

10. Lors de l'examen de la détermination des résidus de solvants dans les huiles d'olive, le Secrétariat a informé le Comité qu'à sa sixième session le Comité du Codex sur les graisses et les huiles a supprimé l'indication relative aux résidus de solvants dans l'huile d'olive (document ALINORM 70/11, paragraphe 15 (d)(ii)). Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage est cependant d'avis que le problème de l'analyse des résidus de solvants d'extraction devrait, si possible, être examiné pour les graisses et les huiles d'une manière générale par le Comité du Codex sur les additifs alimentaires et par le Comité mixte FAO/OMS d'experts des additifs alimentaires.

11. Le Secrétaire a déclaré qu'il transmettrait cet avis au Secrétariat du Comité mixte FAO/OMS d'experts des additifs alimentaires, mais qu'il n'est pas possible, à l'heure actuelle, de prévoir si le Comité d'experts acceptera d'entreprendre un examen détaillé des méthodes considérées. On est convenu que toute méthode mise au point par le Comité d'experts serait soumise au Comité du Codex sur les additifs alimentaires puis confirmée par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage. (Voir le Manuel de procédure, 2ème édition, Directives à l'usage des Comités du Codex, paragraphe 13 (c)(i)).

12. Certaines méthodes proposées pour la détermination des résidus de solvants (JAOAC(1967)50, 717-726) ont fait l'objet d'essais conjoints et ont été jugées satisfaisantes; il reste cependant nécessaire d'examiner également les résidus d'autres solvants comme par exemple les résidus de solvants chlorés. Le Comité invite les gouvernements à lui fournir des renseignements à ce sujet.

b) Test de l'huile de thé

13. Le Comité a réexaminé le test de l'huile de thé qu'il avait confirmé à sa quatrième session (ALINORM 69/23, paragraphes 76 et 77), compte tenu de l'amendement proposé par le Comité du Codex sur les graisses et huiles à sa sixième session. Le Comité est convenu de remplacer par ce qui suit la note figurant dans le document CODEX/FATS AND OILS/40, Annexe 6:

"Une coloration rose, indiquant une teneur inférieure à 10% en huile de thé, ne sera pas considérée comme une preuve évidente de la présence de cet adultérant".

c) Extinction spécifique dans l'ultra-violet

14. Le Comité a examiné l'amendement proposé par le Comité du Codex sur les graisses et huiles à sa sixième session et concernant la spécification relative à l'alumine à utiliser. La proposition française d'élaborer une définition plus précise de l'activité Brockmann de l'alumine servant à préparer l'échantillon pour ce test, est acceptée, et cette définition figurera dans la rubrique "Réactifs" de la méthode (CODEX/FATS AND OILS/40, Annexe 8). (Voir Annexe III).

HUILE DE MOUTARDEa) Méthodes d'analyse générales

15. Le Comité est convenu que bien qu'à sa sixième session le Comité du Codex sur les graisses et les huiles n'ait pas formulé de recommandation spécifique au sujet des méthodes d'analyse à utiliser pour déterminer la présence de contaminants et pour vérifier la qualité et l'identité de l'huile de moutarde, les méthodes d'analyse confirmées pendant la sixième session pour la Norme générale pour les graisses et huiles comestibles seront également applicables à l'huile de moutarde. Le Comité décide de ne pas reprendre la discussion de ces méthodes et de confirmer les méthodes qui figurent dans le document ALINORM 69/23 (paragraphe 57-59) pour la norme intéressant l'huile de moutarde comestible.

b) Détermination de la teneur en isothiocyanate d'allyle

16. Le Comité confirme la méthode décrite dans la norme indienne IS:548-1964 pages 56-57 avec les amendements ci-après, sous réserve que le Secrétariat la reverra en se référant aux normes indiennes pertinentes pour les réactifs d'analyse dans le cas de l'acide nitrique et de l'éthanol.

"17.2.4 Acide nitrique de qualité analytique - 69% m/m HNO_3 "

"17.2.1 Ethanol 90-95% v/v, neutre à la phénolphtaléine".

MARGARINEDétermination de la teneur en eau

17. Le Comité était saisi de la méthode d'analyse proposée pour l'évaluation de la teneur en eau qui figure à l'Annexe IX A - Projet de norme B-9 (1968) du rapport de la 11ème session du Comité mixte FAO/OMS d'experts gouvernementaux sur le Code de principes concernant le lait et les produits laitiers (pages 108-111). Cette méthode avait été établie pour la détermination de la teneur en eau du beurre par la Fédération internationale de laiterie, mais ces institutions n'ont pas encore accepté de l'inclure dans la norme pour le beurre. La composition variable des margarines, en particulier en ce qui concerne les émulsifiants, nécessite une méthode diverse. Le Comité a également examiné une autre proposition tendant à utiliser une méthode pour la détermination de la teneur en eau comportant l'emploi de sable ou de pierre ponce ainsi qu'une autre méthode recourant à un procédé de dessiccation à 105°. On a fait remarquer qu'alors que la température de dessiccation du procédé de la Fédération internationale de laiterie pour le beurre est de $102 \pm 2^\circ\text{C}$, celle indiquée par l'ISO pour ce produit est de $103 \pm 2^\circ\text{C}$.

18. Le Comité adopte cette dernière température en principe mais ne peut décider si la même méthode devrait être utilisée pour la détermination de la teneur en eau de la margarine. La méthode établie pour le beurre n'a pas été adoptée mais le Comité est convenu de réexaminer cette question lorsque l'on pourra comparer les résultats obtenus avec la même méthode dans le cas du beurre et celui de la margarine. La délégation des Pays-Bas s'est engagée à fournir de tels résultats pour la sixième session du Comité.

QUATRIEME PARTIE

METHODES D'ANALYSE DANS LES NORMES POUR LES JUS DE FRUITS

19. Le Comité prend note de la recommandation formulée par le Groupe mixte CEE/Codex Alimentarius d'experts de la normalisation des jus de fruits pendant sa septième session, selon laquelle il conviendrait d'inclure les méthodes de la Fédération internationale des fabricants de jus de fruits dans les normes (document ALINORM 70/14, paragraphe 21). A la demande du Groupe mixte CEE/Codex Alimentarius d'experts (ALINORM 70/14, paragraphe 24), le Groupe de rédaction qui s'est réuni à Wädenswil les 28 et 29 novembre 1969 a préparé une liste de ces méthodes. Le Comité était saisi des documents suivants:

- CODEX/ANALYS/69/B/1 Commentaires des gouvernements au sujet des méthodes d'analyse et d'échantillonnage pour les jus de fruits (1969)
- CODEX/ANALYS/69/A/8 Procès-verbal d'une réunion du groupe de rédaction sur les méthodes d'analyse pour les jus de fruits (Wädenswil, 28-29 novembre 1969)
- CODEX/ANALYS/68-2/1) Résumé des commentaires des gouvernements et des Organisations sur l'étude synoptique des méthodes d'analyse pour les jus de fruits (1968)
- CODEX/FRUJU/69/2 Méthodes d'analyse et d'échantillonnage pour les jus de fruits (y compris CODEX/ANALYS/67-2, Etude synoptique des méthodes d'analyse pour les jus de fruits)
- CODEX/FRUJU/69/4 Exposé de la délégation suisse sur la teneur en cadmium des jus de fruits.

Le Comité décide de baser les discussions sur le document CODEX/ANALYS/69/A/8.

a) Paragraphe intitulé "Description" dans les normes

20. En ce qui concerne la disposition relative au test sur les propriétés fermentescibles, on a signalé que ce test ne fournit pas nécessairement d'indications précises au sujet de l'absence ou de la présence d'agents de conservation chimiques. Cependant, comme le Comité du Codex sur les jus de fruits a placé une disposition relative aux propriétés fermentescibles dans les normes, le Comité est d'avis qu'un test est nécessaire uniquement pour déterminer si un jus est fermentescible ou s'il ne l'est pas; il estime en outre que la disposition stipulant dans quelles conditions on peut déclarer qu'un jus est conservé uniquement par des procédés physiques, et ne contient donc pas d'agents de conservation chimiques, doit être assortie de méthodes d'analyse appropriées. Le Président de la Sous-Commission sur les méthodes d'analyse de la FIJU a déclaré qu'une telle méthode pour la détermination des propriétés fermentescibles existait parmi l'ensemble de méthodes qu'utilise son Organisation.

b) Teneur minimum en ingrédients fruit

21. Ayant constaté que le Groupe mixte CEE/Codex Alimentarius d'experts n'a pas proposé de méthodes d'analyse pour ce critère, le Comité renvoie cette question au Comité des produits.

c) Solides solubles

22. Les normes pour les jus et les nectars de fruits contiennent une disposition relative aux solides solubles selon laquelle ces solides doivent être déterminés par réfractométrie, mais le Groupe de rédaction du Groupe mixte CEE/Codex Alimentarius d'experts a recommandé une méthode gravimétrique (FIJU-8, rév. 1968. Méthode A). Conformément aux dispositions des paragraphes 1 et 2 (d) des Principes généraux pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex, le Comité confirme la méthode réfractométrique (indirecte) de la FIJU-8, rév. 1968, Méthode B.3 pour toutes les normes, sauf celle qui couvre le jus de pommes. On a observé que la norme pour le jus de pommes contient une disposition relative au sucre ajouté. Le Comité est convenu que la méthode réfractométrique, qui estime les solides solubles totaux y compris les sucres ajoutés, ne s'applique pas à la norme pour le jus de pomme. Comme aucune méthode n'a été proposée pour la détermination des sucres ajoutés dans les cas où les produits contiennent du sucre naturel, la question a été transmise au Comité compétent pour qu'il l'examine plus avant. Le Comité a marqué une préférence pour la méthode de dessiccation à 70°C pour l'estimation des solides totaux.

d) Sucres

23. Le Comité confirme la méthode FIJU (FIJU-4, rév. 1968 - méthode Luff-Schoorl) pour toutes les normes, à l'exception de celle pour le jus de citron, mais demande à la FIJU de lui communiquer les résultats des études conjointes effectuées avec cette méthode. Les délégations du Canada, de la Suède et des Etats-Unis ont exprimé des réserves à l'égard de cette méthode.

e) Miel

24. Le Comité observe qu'aucune méthode de détermination de cet ingrédient n'a été proposée pour les nectars d'abricot, de pêche et de poire.

f) Sel

25. Le Comité s'est interrogé sur la question de savoir s'il est suffisant de déterminer la teneur en chlorure du jus de tomate pour connaître sa teneur en sel ajouté (chlorure de sodium) ou s'il faut également déterminer la teneur en sodium. Il est parvenu à la conclusion qu'il suffit de déterminer la concentration de chlorure et confirme la méthode FIJU (Cl: FIJU-37, 1968 - potentiométrique) pour les jus de tomate.

g) Huiles essentielles

26. En l'absence de méthode FIJU, le Comité accepte la recommandation du Groupe de rédaction et confirme la méthode AOAC (19.110, 20.073, 20.074) pour les jus d'orange, de citron et de pomelo.

h) Ethanol

27. Le Comité confirme la méthode FIJU (FIJU-2, rév. 1968) pour toutes les normes intéressant les jus de fruits à l'exception du jus de tomate. On a souligné à ce sujet qu'alors que cette méthode est suffisamment précise pour satisfaire aux exigences des normes (3 à 5 g d'éthanol par kg), il conviendrait de recourir à une méthode par oxydation pour déterminer des quantités moindres d'éthanol. Considérant la nécessité de travailler à des températures plus élevées dans les pays tropicaux, le Comité fait remarquer qu'il existe des tables permettant de convertir les résultats de l'analyse en résultats équivalents obtenus à 20°C. La délégation des Etats-Unis a signalé que l'on peut trouver ces tables dans les publications de l'AOAC; le représentant de l'OIV a déclaré que l'Organisation internationale de métrologie légale a l'intention de publier en 1970 un manuel contenant des tableaux alcoolométriques à des températures plus élevées. Le Comité invite la FIJU à modifier sa méthode de manière à ce qu'elle tienne compte des températures de détermination supérieures à 20°C.

i) Viscosité apparente

28. Le Comité confirme la méthode AOAC (Lamb et Lewis, JAOAC, 50, 207, 1967) pour l'évaluation de la viscosité apparente des nectars d'abricot, de pêche et de poire, ainsi que l'avait recommandé le Comité des produits.

j) Hydroxyméthylfurfural (HMF)

29. Le Comité confirme la méthode FIJU (FIJU-12, rév. 1968) pour les nectars d'abricots, de pêche et de poire, avec la modification de Postel (Deutsch. Lebensm. Rundsch. 64, 1968, 318).

k) Acides volatils

30. La méthode FIJU proposée par le Groupe mixte CEE/Codex Alimentarius d'experts comporte un certain degré d'erreur du fait d'un léger report d'acide lactique (quand il y en a) dans le distillat. La méthode de l'OIV comporte des dispositions permettant d'éliminer cette cause d'erreur. La méthode OIV est en outre plus sûre et plus précise que la méthode FIJU proposée. Comme les normes en question n'autorisent pas l'adjonction d'acide lactique et étant donné que la proportion limite d'acides volatils porte sur tous les acides qui peuvent être présents naturellement dans les jus (par exemple une certaine proportion d'acide lactique), le Comité confirme la méthode FIJU (FIJU-5, rév. 1968) pour les jus de pomme, d'orange et de pomelo.

l) Additifs

31. Le Comité est d'avis qu'il n'est pas nécessaire d'élaborer de méthodes Codex pour la détermination des acides citrique et malique dans les nectars d'abricot, de pêche et de poire puisque la norme ne prévoit pas de limite maximum pour ces additifs et puisque ces acides sont normalement présents dans les nectars et les jus de fruits.

32. Bien qu'aucune limite maximum n'ait été établie pour l'acide l-ascorbique, le Comité est convenu de confirmer la méthode FIJU (FIJU-17, 1964, méthode de Spanyar et al, publiée dans Zeitschr. f. anal. Chemie 195, 268 (1963) et Zeitschr. Lebensmittel-Unters. u. Forsch. 123, 93-102 (1963) qui mesure à la fois l'acide ascorbique et l'acide déhydroascorbique) pour les nectars d'abricot, de pêche et de poire et les jus de pomme et de raisin, car l'acide ascorbique ajouté peut être utilisé aussi bien comme antioxygène que (dans des proportions supérieures) comme additif nutritif.

m) Contaminants

33. Le Comité note que les divers contaminants métalliques (arsenic, plomb, cuivre, fer, cadmium et zinc) présentent de l'intérêt pour de nombreuses normes intéressants des produits et accepte la proposition tendant à utiliser des méthodes généralement applicables dans toutes ces normes. Le Comité estime cependant que les méthodes proposées par les divers Comités des produits devraient être confirmées à titre provisoire jusqu'à ce qu'il ait eu le temps de les examiner en détail et de les remplacer ensuite par des méthodes générales. Ce faisant, le Comité a attiré l'attention de la Commission sur le fait que plusieurs méthodes AOAC ont fait l'objet d'études conjointes et ont été confirmées pour de tels contaminants dans d'autres normes pour lesquelles les Comités des produits n'avaient proposé aucune méthode. Le Comité juge également que les méthodes d'absorption atomique par spectrophotométrie prendront de plus en plus d'importance à l'avenir, et des réserves ont été exprimées quant aux méthodes polarographiques.

<u>Arsenic</u> (toutes les normes)	méthode OIV A 196 (diéthylthiocarbamate) que publiera la FIJU
<u>Plomb</u> (toutes les normes)	FIJU-14. 1964
<u>Cuivre</u> (toutes les normes)	FIJU-13. 1964
<u>Zinc</u> (toutes les normes)	AOAC (1965) 24.078-24.084
<u>Fer</u> (toutes les normes)	FIJU-15, 1964 (calcination à sec)
<u>Etain</u> (toutes les normes)	projet de méthode ISO au diphénylfluorone (ISO/TC 34/SC3/WG3/ No. 120F), devant faire l'objet de commentaires à la lumière des études que fait actuellement l'ISO. La délégation des Pays-Bas a réservé sa position au sujet de cette méthode.

Le Comité observe qu'aucune méthode n'est nécessaire pour le cadmium, car les dispositions définissant la concentration maximum en cadmium ont été supprimées dans les normes.

34. Les délégations des Etats-Unis, de l'Australie, du Canada, de la République d'Irlande et de la Suède formulent des réserves quant à l'adoption des méthodes FIJU indiquées au paragraphe 33 ci-dessus, parce que:

- a) elles ne satisfont pas aux critères adoptés pour le choix des méthodes Codex tels qu'ils sont définis aux paragraphes 2(b) et 2(g), pages 63-64 du Manuel de procédure, 2^{ème} édition (elles ne sont pas uniformément applicables aux divers groupes de produits; les études comparées ou conjointes effectuées dans plusieurs laboratoires ont démontré qu'elles ne sont pas statistiquement sûres - il n'existe pas de compte-rendu à ce sujet;
- b) le Comité ne dispose pas encore de la méthode pour l'arsenic;

- c) la discussion devait se baser sur le document CODEX/FRUJU/69/2, et non pas sur le document CODEX/ANALYS/69/A/8 qui se rapporte uniquement aux méthodes FIJU;
- d) les méthodes AOAC et NMKL citées dans le document CODEX/FRUJU/69/2 sont des méthodes générales qui ont été étudiées conjointement et dont les données doivent être enregistrées.

35. En ce qui concerne la méthode de détermination de la teneur totale en métaux précipitables par l'hexacyanoferrate II de potassium (pour toutes les normes), le Comité est convenu de confirmer, mais à titre provisoire uniquement, la méthode FIJU qui sera publiée et qui est fondée sur la méthode 30/22/23 du Schweitz. Lebensm. Buch, Chapitre 30 (Vin).

n) Détermination de l'anhydride sulfureux dans les jus de fruits et les sucres

36. L'attention du Comité a été attirée sur la nécessité de disposer d'une méthode d'arbitrage pour déterminer une concentration de 10 mg/kg d'anhydride sulfureux (concentration indiquée dans les normes pour le jus de pomme et le jus de raisin); et pour déterminer des concentrations inférieures, ainsi que pour vérifier l'absence de SO₂ dans les jus de fruits tels que les jus d'agrumes. Le Comité a examiné l'étude comparée réalisée sur les sucres, les jus de fruits et les fruits séchés, par les Pays-Bas à l'aide de la méthode Monier Williams et de la méthode Tanner (CODEX/ANALYS/69/C/5) et marque une préférence pour cette dernière méthode pour les faibles concentrations d'anhydride sulfureux en question. Le Comité note également qu'une méthode ISO est en cours d'élaboration (méthode Franz Paul associée à la méthode Zonnefeld-Meyer ISO/TC 34/SC3/GT3 (127 bis) et qu'une étude comparée de la détermination de l'anhydride sulfureux dans les vins avait été effectuée au Max von Pettenkofer Institute de la République fédérale d'Allemagne en utilisant les méthodes de Paul et de Tanner. Le Comité estime que bien qu'elle soit satisfaisante, la méthode Franz Paul donnait des résultats légèrement supérieur à ceux que l'on obtient avec la méthode Tanner. Il est également d'avis qu'une méthode iodométrique ne conviendrait pas dans le cas des jus de fruits contenant des huiles essentielles (ex. jus d'agrumes). Le Comité confirme la méthode Tanner de la FIJU No. 7-(1968) pour tous les jus de fruits.

37. Le Comité accepte également de remplacer la méthode Monier Williams par la méthode Tanner pour la détermination de la concentration en anhydride sulfureux des sucres à l'étape 9 et se propose d'attirer l'attention de la Commission sur cet amendement proposé.

o) Impuretés minérales insolubles dans HCl (jus de pomme, de raisin et de tomate)

38. Le Comité est d'avis que la proportion exacte d'HCl à utiliser n'a pas une importance énorme et confirme la méthode AOAC (1965) 28.005.

p) Hygiène

39. La disposition relative aux microorganismes susceptibles de se développer qui figure dans toutes les normes relève de la compétence du Comité du Codex sur l'hygiène alimentaire et la disposition relative aux filaments de moisissures a été supprimée dans les normes.

q) Test organoleptique

40. Le Comité estime que ce test devrait être supprimé pour le moment étant donné qu'aucune norme Codex n'indique de méthodes pour réaliser les tests organoleptiques et que ce sujet appartient au chapitre général des "Méthodes d'analyse

sensorielle" qui fera l'objet de discussions ultérieures (voir par. 88-90).

r) Densité relative (toutes les normes)

41. Le Comité juge nécessaire de retenir cette détermination comme méthode d'arbitrage pour convertir en poids (comme le prévoit la norme) tous les résultats d'analyse exprimés en volume et confirme la méthode FIJU-I, rév. 1968. Il décide d'attirer l'attention de la Commission sur le fait que les quantités devraient, de préférence, être exprimées en poids par litre.

s) Cendres, alcalinité, pH, acide titrable total, acides non volatils, acides organiques, acide tartrique, acide benzoïque, acide sorbique, colorants

42. Ces déterminations n'étant pas en rapport direct avec les critères énoncés dans les normes, le Comité estime que des méthodes d'arbitrage ne sont pas requises. Il reconnaît cependant que la combinaison de plusieurs de ces facteurs peut être utile, par exemple pour déterminer le degré de pureté d'un jus, et qu'elle pourrait être envisagée à l'avenir en temps voulu.

t) Anhydride carbonique (jus de pomme et de raisin)

43. Le Comité confirme la méthode FIJU-42, 1966 (méthode Hennig et Lay).

u) Remplissage minimum des récipients (toutes les normes)

44. Le Comité est convenu d'attirer l'attention du Groupe mixte CEE/Codex Alimentarius d'experts sur la nécessité de proposer une méthode pour déterminer le remplissage minimum des récipients. Il estime d'ailleurs aussi, à ce sujet, qu'une méthode générale devrait être élaborée pour tous les produits.

v) Degré de concentration des jus de fruits

45. Observant qu'aucune méthode permettant d'évaluer le degré de concentration des jus de fruits n'avait été proposée, le Comité décide de soumettre cette question à l'attention du Groupe mixte CEE/Codex Alimentarius d'experts.

Observations concernant les méthodes FIJU

46. Le représentant de l'OIV s'oppose d'une manière générale à l'emploi des méthodes d'analyse suivantes pour les jus de fruits (le jus de raisin en particulier): densité relative, solides solubles, acidité volatile, méthodes de mesure de la densité absolue, du titre alcoolique et du SO₂. La délégation de la France partage cet avis.

47. Le représentant de la FIJU estime que lorsqu'une méthode confirmée ou devant être confirmée par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage n'a pas été soumise à un nombre suffisant d'études comparées ou conjointes, ces études devraient être entreprises aussi rapidement que possible. Les représentants de l'AOAC et de l'OIV ont accepté de participer à de telles études. Le représentant de la FIJU accepte en principe que lorsqu'une méthode ne figurant pas dans le Manuel d'analyse de la FIJU a été confirmée par le Comité, cette méthode devra par la suite être insérée dans ce Manuel.

CINQUIEME PARTIE

METHODES D'ANALYSE DANS LES NORMES POUR LES DENREES SURGELEES à l'étape 8

48. Le Comité était saisi des documents de travail suivants:

- Evaluation du poids net des fruits et légumes surgelés (CODEX/ANALYS/68/14)
- Méthode de décongélation des fruits et légumes surgelés (QFF/MAS/4 (1969))
- Méthode de cuisson des légumes surgelés (QFF/MAS/5 (1969))
- Détermination de la teneur en solides insolubles dans l'alcool des petits poids surgelés (CODEX/ANALYS/68/15)
- Détermination des cendres insolubles dans l'acide chlorhydrique (Rec. ISO R 763)
- Méthode de détermination des "Cendres insolubles dans l'acide chlorhydrique" pour les fraises surgelées et produits analogues (QFF/MAS/1 (1969)).

a) Evaluation du poids net (fruits et légumes surgelés)

49. La délégation de la République fédérale d'Allemagne a fait remarquer que cette méthode était rédigée dans un style qui ne convient pas pour une méthode d'arbitrage internationale, et a attiré l'attention tout particulièrement sur le dernier paragraphe de la rubrique consacrée à la Définition qui serait mieux à sa place dans les normes pour les denrées surgelées. Le Comité confirme la méthode proposée par le Groupe mixte CEE/Codex Alimentarius d'experts (CODEX/ANALYS/68/14) après avoir supprimé les paragraphes 2, 3 et 4 de la rubrique Définition (voir Annexe IV).

b) Méthodes de décongélation et de cuisson (fruits et légumes surgelés)

50. Le Comité est convenu que ces méthodes (QFF/MAS/4/1969) devaient être remaniées pour être rendues conformes au plan de présentation des méthodes d'arbitrage internationales d'analyse. C'est ainsi que la rubrique 3 où sont exposées les généralités sur la méthode de cuisson, semble superflue, à l'exception des deux premières phrases. Le Comité est d'avis que les méthodes de décongélation et de cuisson ne sont pas des méthodes d'analyse dans le vrai sens du terme mais qu'elles constituent des méthodes de préparation de l'échantillon devant être soumis à des examens ultérieurs. Les méthodes seront remaniées par le Secrétariat et transmises au Comité des produits avec les remarques ci-dessus. (Voir Annexe IV).

c) Détermination de la teneur en solides insolubles dans l'alcool des petits poids surgelés à l'étape 8

51. On a fait observer au cours des débats que l'AOAC a soumis la méthode décrite dans le document CODEX/ANALYS/68/15 à des études conjointes et qu'elle l'a jugée acceptable pour une teneur en solides insolubles dans l'alcool de 11%. Les résultats des essais conjoints sont indiqués dans le document JAOAC (1969) 52, 1182-1184. Le Comité confirme cette méthode et déclare qu'il serait intéressant

de connaître les résultats des essais conjoints avec les concentrations prescrites dans la norme (19-23%). La délégation australienne fait observer que les termes "alcool dénaturé" demandent à être précisés et propose de les remplacer par les termes "95% d'éthanol dénaturé avec 5% de méthanol". Le Comité approuve cette modification. (Voir Annexe IV).

d) Impuretés minérales - sable (cendres insolubles dans HCl) (Fraises surgelées à l'étape 6 et framboises surgelées à l'étape 5)

52. Le Groupe mixte CEE/Codex Alimentarius d'experts a soumis deux méthodes à l'appréciation du Comité (Rec. ISO R 763 qui contient une réserve formulée par les Pays-Bas, et QFF/MAS/1, 1969). Le Comité estime que le choix de la méthode dépend du sens que l'on veut donner à la disposition visant les impuretés minérales; par exemple, alors que la méthode ISO mesure les cendres insolubles dans HCl, la méthode décrite dans le document QFF/MAS/1, 1969 mesure à la fois les substances étrangères et la silice intrinsèque insoluble dans HCl.

53. Le Comité est convenu que ces deux méthodes devront être réexaminées et, tout en admettant qu'en principe la méthode de l'ISO est celle qui convient le mieux, il renvoie la question au Comité des produits pour que ce dernier choisisse la méthode qu'il jugera la plus appropriée. La délégation de l'Autriche a fait remarquer que lorsque l'on soumet l'échantillon à un processus d'homogénéisation, les particules lourdes telles que celles de sable risquent de se déposer au fond du récipient. En ce qui concerne la méthode de l'ISO, la délégation de la République fédérale d'Allemagne propose d'ajouter l'eau déminéralisée qui peut remplacer l'eau distillée, d'élever la température de minéralisation à 1 000° et de supprimer les mots "at least" au paragraphe 5.3. (Voir également les paragraphes 58, 59, 63 et 67).

SIXIEME PARTIE

METHODES D'ANALYSE DANS LES NORMES POUR LES FRUITS ET LEGUMES TRAITES

54. Le Comité était saisi des documents de travail suivants:

- CODEX/ANALYS/69/A/4
- ALINORM 69/23
- ALINORM 70/20
- CODEX/ANALYS/69/C/1

Poires et mandarines en conserve (étape 5)

Détermination du poids égoutté et densité du sirop

55. Le Comité confirme les méthodes pertinentes décrites à l'Annexe IV, document ALINORM 69/23 (Détermination du poids égoutté, Méthode I p. 1, et densité du sirop p. 6) pour les poires et mandarines en conserve en observant que des méthodes ont été confirmées auparavant pour d'autres fruits et légumes traités.

Concentré de tomate traité (étape 5)

a) Solides solubles de tomate

56. Au cours des discussions sur la détermination des solides solubles naturels de tomate, la délégation des Etats-Unis a fait observer que la disposition figurant dans la norme a été arrêtée sur la base des méthodes d'analyse proposées par le Comité des produits (voir JAOAC 50, 1967, p. 690) et que si l'on remplace

la méthode d'analyse il faudra également modifier en conséquence la disposition concernant les solides solubles naturels de tomate. Le Comité précise que les méthodes qui figurent à la rubrique consacrée aux méthodes d'analyse de la norme pour les concentrés de tomate traités supposent que soient définis les solides solubles naturels de tomate, alors qu'en fait la méthode proposée détermine la teneur totale en extraits secs de tomate. Le Comité confirme la méthode AOAC mentionnée ci-dessus mais suggère de la renvoyer au Comité des produits pour qu'il en précise le titre.

b) Détermination du sel

57. Le Comité confirme la méthode AOAC (AOAC(1965)6.103, 6.104, 6.105) mais relève qu'il conviendrait de se référer de façon plus détaillée aux parties pertinentes des méthodes officielles de l'AOAC pour tirer au clair des questions telles que la préparation du concentré de tomate et la concentration de l'acide nitrique.

c) Détermination des impuretés minérales

58. Au cours des débats, la délégation polonaise a fait valoir qu'il serait nécessaire d'élaborer des méthodes générales de détermination à cet égard, et par conséquent de normaliser les diverses dispositions divergentes couvrant les impuretés minérales. Quand il examinait la méthode AOAC proposée, le Comité s'est demandé laquelle des deux rubriques a) Sable et b) Silice soluble dans l'alcali, serait applicable, ou si elles le seraient toutes les deux. On a précisé que la rubrique b) concernant le mélange combiné de filtrat alcalin et de lavages est nécessaire pour la détermination ultérieure de substances telles que les métaux et qu'elle n'a donc pas sa place dans la description de la méthode de détermination des impuretés minérales.

59. Le Comité confirme la méthode AOAC (AOAC (1965) 6.005) étant entendu qu'elle contiendra des renvois aux parties pertinentes des méthodes officielles de l'AOAC afin d'élucider la question des réactifs normalisés. (Voir également les paragraphes 52, 53, 63 et 67).

d) Numération des moisissures

60. Le Comité note que la norme pour les concentrés de tomate traités contient une disposition obligatoire concernant la présence de filaments de moisissures dans la rubrique Hygiène. La limite actuelle indiquée pour le nombre de champs positifs a plutôt une valeur indicative qu'un caractère obligatoire. Le degré d'homogénéisation entraîne une augmentation du nombre de champs positifs. Cette méthode ne peut donc pas être considérée comme une méthode d'arbitrage internationale satisfaisante, mais peut servir de guide ainsi qu'il est indiqué dans la norme.

61. Le Comité est convenu de soumettre cette question au Comité des produits pour qu'il fasse savoir dans quelle mesure la numération des moisissures doit également être considérée du point de vue technologique.

Raisins sec (étape 5)

Détermination de la teneur en eau

62. On a souligné que la méthode AOAC proposée (AOAC (1965) 20.009, 20.003 (c)) est une méthode générale pour les produits à base de fruits, y compris les fruits secs. La délégation des Pays-Bas signale qu'avec d'autres méthodes analogues on emploie du sable à la place de l'amiante pour le processus de dessiccation; on a signalé à ce propos que dans la méthode AOAC, l'amiante est employé essentiellement avec les raisins secs et d'autres fruits riches en sucres. Le Comité confirme la

méthode AOAC pour la détermination de la teneur en eau des raisins secs mais observe qu'il faut attirer l'attention tout particulièrement sur le mode de préparation de l'échantillon et sur le type d'étuve à utiliser.

Fraises en conserve (étape 6)

63. Au cours des discussions au sujet de la détermination des impuretés minérales dans les fraises en conserve (CODEX/ANALYS/69/C/1) le représentant de l'ISO a remarqué que cette méthode est la même que la méthode ISO, R762, 1968. Le Comité est convenu d'attirer l'attention du Comité des produits sur cette question en lui demandant de préciser le sens de la disposition relative aux impuretés minérales et de proposer une méthode appropriée. (Voir également les paragraphes 52, 53, 58, 59 et 67).

Ananas en conserve (étape 8)

64. Le Comité a étudié la spécification visant les "dimensions de l'échantillon" de cette norme et (à la suite des discussions concernant les plans d'échantillonnage) déclare que cette question ne pose pas un problème statistique mais plutôt un problème rédactionnel qu'il appartiendra au Secrétariat d'élucider en consultant le Président du Comité des produits.

SEPTIEME PARTIE

METHODES D'ANALYSE DANS LES NORMES POUR LES POISSONS ET LES AUTRES PRODUITS DE LA PECHE

Méthodes d'analyse pour les crevettes en conserve (étape 6)

65. Le Comité confirme les méthodes de détermination du poids égoutté et du contenu net décrites à l'Annexe IV du document ALINORM 70/18, tout en prenant note des réserves formulées par la délégation de la République fédérale d'Allemagne au sujet de la durée de l'égouttage nécessaire.

66. Le Comité note que la spécification concernant le tamis circulaire n'est pas conforme à celle des normes ISO et déclare qu'il conviendrait de remplacer les chiffres indiqués par la dimension ISO la plus proche (au-dessus ou au dessous, selon la décision que prendra le Comité des produits) en ajoutant une note de bas de page précisent que la dimension US correspondante la plus proche pourra également être employée. Les méthodes de détermination du calibre, y compris d'évaluation du nombre de crevettes, devraient être transmises au Comité des produits car elles ne sont pas considérées comme une méthode d'analyse devant être confirmée. La méthode de détermination de la capacité en eau des récipients, exposée dans l'Annexe IV du document ALINORM 70/18, est approuvée et le Comité est convenu également que cette méthode devrait servir de guide à l'élaboration d'une norme générale intéressant la capacité des boîtes à ouvrir par en haut.

HUITIEME PARTIE

METHODES D'ANALYSE DANS LES NORMES POUR LES CHAMPIGNONS COMESTIBLES ET PRODUITS DERIVES, LES CHAMPIGNONS COMESTIBLES SECHES ET LES CHANTERELLES FRAICHES (étape 8)

67. Le Comité était saisi du document CODEX/ANALYS/69/A/6 intitulé "Méthodes d'analyse pour les champignons comestibles et produits dérivés, les champignons comestibles séchés et les chanterelles fraîches". Le Comité a étudié la méthode

ISO R 763 de détermination des impuretés minérales insolubles dans l'acide chlorhydrique et décide de renvoyer la question au Comité de coordination pour l'Europe pour qu'il précise quelles sont les impuretés minérales que cette disposition devrait couvrir dans les normes; il est également convenu que le Comité précité devrait proposer des méthodes de détermination des teneurs en eau, en sel et en sucres. La délégation de la Pologne a accepté de préparer des projets de méthodes appropriées. Le Secrétariat a été prié de soumettre ces questions à l'examen de la Commission (Voir également les paragraphes 52, 53, 59 et 63).

NEUVIEME PARTIE

PLANS D'ECHANTILLONNAGE DES DENREES ALIMENTAIRES PREEMBALLEES ET PROCEDES TECHNIQUES DE PRELEVEMENT D'ECHANTILLONS DE DENREES ALIMENTAIRES

68. Le Comité admet d'emblée la nécessité de disposer de plans d'échantillonnage et de procédures d'acceptation bien définis et réaffirme l'opinion qu'il avait exprimée à sa quatrième session, à savoir qu'il convient d'aborder le problème de l'échantillonnage de manière systématique et exhaustive (ALINORM 69/23, paragraphes 80(f) et 80(g)).

69. Le représentant de l'ISO a fait savoir au Comité que depuis la quatrième session de ce dernier, le Groupe de travail ISO/TC WG-1 - Echantillonnage s'est réuni et qu'il a

- i) préparé un projet de guide et plan type pour la rédaction des méthodes d'échantillonnage (document ISO/TC 34/WG-1 (Secrétariat 9)17 - voir Annexe V) qui sera accompagné d'une série de notes explicatives, mais qui ne définit pas de plans d'échantillonnage particuliers;
- ii) entrepris de mettre au point une terminologie en matière d'échantillonnage intéressant plus particulièrement les produits agricoles; et
- iii) examiné le document du Codex sur les Principes fondamentaux de l'échantillonnage des produits alimentaires (ALINORM 65/25(1)), rédigé sur la base d'un document de l'ISO.

70. Le Comité se déclare très satisfait de ces travaux et est convenu de soumettre le guide et plan type pour la rédaction des méthodes d'échantillonnage à l'attention des Comités de produits pour qu'ils s'en inspirent. Il ne faut toutefois pas oublier que ce document et les notes qui l'accompagneront en sont encore à la phase de la mise au point, et qu'il doit encore être transmis aux gouvernements pour observations.

71. Le Comité était en outre saisi du document consacré au procédé technique de prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires (document ALINORM 69/23, Annexe VI) dont certains points se retrouvent dans le document ISO mentionné sous i) ci-dessus, ainsi que des observations que les gouvernements ont formulés à leur sujet (CODEX/ANALYS/69/B/2).

72. Afin de coordonner les diverses manières d'aborder le problème de l'échantillonnage décrites plus haut, le Comité a désigné un Groupe ad hoc sur l'échantillonnage constitué du Dr. Young (Président), du Dr. Agthe, du Dr. Smith, de M. Zaboklicki et de M. Zoltán, qui s'est réuni pendant la session. Le rapport rédigé par ce Groupe, avec les amendements apportés par le Comité au sujet de l'acceptation, figure à l'Annexe VI. Le rapport explique comment le procédé technique de prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires sera utilisé pour l'élaboration des notes destinées au document ISO consacré à la présentation des méthodes d'échantillonnage, et suggère quels devraient être le mandat et les tâches du consultant FAO/OMS dont la nomination est proposée. En adoptant le rapport, le Comité a vivement recommandé qu'un tel consultant soit effectivement désigné.

présentation des méthodes d'échantillonnage, et suggère quels devraient être le mandat et les tâches du consultant FAO/OMS dont la nomination est proposée. En adoptant le rapport, le Comité a vivement recommandé qu'un tel consultant soit effectivement désigné.

73. Le Comité a étudié la question de l'état d'avancement des dispositions relatives à l'échantillonnage qui figurent actuellement dans les normes Codex. Un autre Groupe ad hoc, constitué du Dr. Horwitz (Président), du Dr. Smith, du Dr. Woidich, du Dr. Young et de M. Zaboklicki a été désigné pour examiner cette question pendant la session. Le rapport qu'il a rédigé a été accepté par le Comité et est reproduit à l'Annexe VII. Le Groupe ad hoc estime que les Plans d'échantillonnage ne conviennent que pour le contrôle de la production mais qu'ils pourraient cependant figurer dans les normes Codex en tant que guides pour les fabricants. On a observé que les Plans d'échantillonnage figurent dans plusieurs normes intéressant les fruits et légumes traités et qu'ils sont considérés comme ayant un caractère obligatoire. La délégation du Canada a suggéré que lorsqu'ils acceptent ces normes, les gouvernements indiquent qu'ils acceptent les Plans d'échantillonnage en tant que guides pour le contrôle de la production plutôt qu'en tant que dispositions obligatoires de la norme.

74. En ce qui concerne les plans d'échantillonnage des normes qui en sont aux phases initiales de la procédure, le Comité déclare que ces plans devraient être transmis au Comité du Codex intéressé qui, après avoir examiné les questions soulevées au paragraphe 3 de l'Annexe VII, devraient demander que des plans appropriés soient mis au point pour les denrées relevant de leur compétence. Le Comité est convenu de recommander que soit appliquée cette procédure pour l'échantillonnage des crevettes en conserve à l'étape 6 (ALINORM 70/18, Annexe IV) et pour les raisins secs à l'étape 5 (ALINORM 70/20, Annexe VIII). Le Comité reconnaît que pour ces derniers, il peut s'agir d'un cas particulier puisque l'on procède à un échantillonnage en vrac. Le Comité est également d'avis qu'il faudrait sans doute examiner plus en détail le cas des produits coûteux tels que le saumon du Pacifique éviscéré surgelé à l'étape 8 (ALINORM 70/18, Annexe II), pour lesquels le Comité a confirmé un plan d'échantillonnage établi sur la même base que pour les autres produits indiqués ci-dessus, étant entendu que ce plan devrait être revu à l'avenir d'un point de vue plus général.

75. Comme les normes Codex ne comportent pas de plans établis d'après les critères d'acceptation par les consommateurs, le Comité estime que l'on pourrait charger le consultant FAO/OMS d'entreprendre l'élaboration de tels plans ainsi que le prévoit son mandat (voir Annexe VI, par. 3.2.v).

DIXIEME PARTIE

PLAN TYPE POUR LES METHODES D'ANALYSE DU CODEX

76. A sa dernière session, le Comité a accepté un plan type pour la présentation des méthodes d'analyse du Codex (ALINORM 69/23, Annexe VII). Les gouvernements avaient été invités à exprimer leurs commentaires au sujet de ce plan et ces commentaires sont reproduits dans le document CODEX/ANALYS/69/B/4. En plus de ce document, le Comité était également saisi du "Style Manuel" de l'AOAC. Le Comité est convenu de modifier le plan type en tenant compte des commentaires des gouvernements et d'adopter la nomenclature des "Chemical Abstracts" en plus de celle de l'UICPA, tout en observant que les symboles retenus par l'une et l'autre organisation se rapprochent de plus en plus. On a souligné à ce propos que la Commission a adopté les unités du Système international pour toutes les normes Codex. La délégation du Royaume-Uni accepte de participer à la préparation du texte final, révisé à la lumière des commentaires reçus. Le Comité approuve le plan type et invite le Secrétariat à faire le nécessaire pour le publier.

ONZIEME PARTIEMETHODES D'ANALYSE POUR LA NORME REGIONALE EUROPEENNE RECOMMANDEE POUR LE MIEL (étape 9)

77. Le Comité était saisi des documents ci-après:

- a) CODEX/ANALYS/68/10 examen microscopique du miel
- b) CODEX/ANALYS/68/11 détermination quantitative des sucres dans le miel par chromatographie en phase gazeuse
- c) CODEX/ANALYS/68/13 détermination de la teneur en HMF du miel par spectrophotométrie UV
- d) CODEX/ANALYS/69/C/4 détermination de l'activité diastasique du miel
- e) CODEX/ANALYS/69/B/5 résumé des commentaires des gouvernements sur les documents a) et b)

A sa quatrième session, le Comité avait discuté des méthodes décrites dans les documents a) et b) ci-dessus et jugé qu'elles pourraient être appliquées dans la norme pour le miel mais qu'il fallait évaluer les avantages de l'analyse du pollen et décrire de manière appropriée la méthode par chromatographie gaz-liquide (ALINORM 69/23, paragraphe 96). La délégation des Pays-Bas avait proposé de fournir au Comité une description d'une méthode de préparation de l'amidon soluble utilisé pour déterminer l'activité diastasique (ALINORM 69/23, paragraphe 9). En ce qui concerne la détermination photométrique de la teneur en HMF figurant dans la norme régionale pour le miel, il est entendu que cette méthode a été confirmée en attendant d'être remplacée par une méthode spectrophotométrique (ALINORM 69/23, Annexe III, page 11 - note de bas de page). C'est pour ces raisons que le Comité a discuté des méthodes d'analyse décrites ci-dessous et figurant dans la norme pour le miel, en dépit du fait que cette dernière doit être envoyée incessamment aux gouvernements pour acceptation à l'étape 9.

a) Analyse du pollen

78. Le représentant d'APIMONDIA a présenté le sujet en signalant que la Commission internationale de Botanique apicole de l'Union internationale des Sciences biologiques travaille sur cette question depuis 1952 et a publié récemment des méthodes quantitatives d'analyse du pollen. Il a précisé en outre que l'initiation à cette méthode ne présente aucune difficulté pour des personnes ayant des connaissances en botanique systématique et que si on la considère en même temps que d'autres méthodes, celle-ci est indispensable pour s'assurer de la qualité et de l'origine des miels.

79. La norme contient des dispositions relatives aux critères de composition établis selon l'origine du miel et des dispositions d'étiquetage prévoyant la déclaration de l'origine florale ou botanique ou de la région géographique ou topographique de laquelle provient le miel. Le Comité est d'avis que, bien qu'elle soit utile, l'analyse du pollen n'est pas suffisamment précise pour pouvoir servir de méthode d'analyse en cas d'arbitrage. Il estime notamment que la rubrique Champ d'application de la méthode devrait être très détaillée pour mettre en évidence les possibilités et les limites de sa technique. Le Comité n'ignore pas que la documentation concernant les miels européens est très riche, mais il est d'avis qu'il est nécessaire de mettre au point un atlas complet des pollens et que la documentation est moins complète pour d'autres parties du monde. Il estime en outre qu'aux fins du commerce international, un atlas mondial des pollens qui se trouvent dans les miels devrait être établi avant que l'on puisse envisager d'apporter des amendements à la norme.

80. Le représentant d'APIMONDIA accepte d'examiner ces questions et de transmettre la méthode de son institution aux délégations. Le Comité porte cette question à l'ordre du jour de sa sixième session, mais souligne que la publication de l'atlas nécessite des recherches considérables qui prendront sans doute beaucoup de temps.

b) Détermination des sucres par chromatographie en phase gazeuse

81. Le Comité observe que cette méthode sélective et quantitative de détermination des sucres présents dans les miels donne des résultats analogues à ceux que l'on obtient avec la méthode enzymatique. Il estime également qu'une méthode moins précise, telle que la méthode par chromatographie en couche mince, pourrait être suffisante. Le Secrétariat a été prié de demander à la délégation de l'Autriche de préparer une telle méthode et de la communiquer au Comité. Le représentant d'APIMONDIA s'est engagé à examiner les diverses méthodes considérées.

c) Détermination de la teneur en HMF par spectrophotométrie dans l'ultra-violet

82. Jugeant que cette méthode avait fait l'objet d'études conjointes satisfaisantes, le Comité estime qu'elle devrait remplacer celle qui figure dans la norme actuelle. Il décide en outre de prier la Commission d'engager en conséquence une procédure d'amendement de la norme.

d) Détermination de l'activité diastasique du miel

83. La délégation des Pays-Bas a relevé que la méthode qui figure actuellement dans la Norme régionale européenne recommandée pour le miel (CAC/RS 12-1969) n'est pas entièrement satisfaisante, et que la nouvelle méthode proposée au Comité est la méthode BENELUX officielle. Cette méthode contient des instructions concernant la préparation de l'amidon soluble, y compris la détermination de sa teneur en eau et de son indice de bleuissement. Le Comité est donc convenu qu'il n'est plus nécessaire de créer un centre de référence international pour l'approvisionnement en un réactif de ce type (ainsi qu'il avait été convenu à la quatrième session de la Commission, ALINORM 69/23, paragraphe 9). Le Comité décide de transmettre la méthode BENELUX (avec les traductions) aux gouvernements pour observations.

DOUZIEME PARTIE

METHODES D'ANALYSE DANS LA NORME POUR LES EAUX MINERALES NATURELLES (étape 8)

84. A sa septième session, le Comité de coordination a indiqué plusieurs publications consacrées à l'analyse des eaux minérales naturelles en priant le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage de les étudier. Le Comité a examiné le document de travail (CODEX/ANALYS/69/A/5) préparé par le Secrétariat de la FAO. Ce document traite des divers critères de la norme pour les eaux minérales naturelles dont le contrôle peut nécessiter des méthodes d'analyse appropriées. La délégation suisse signale que la méthode directe de détermination de la teneur en substances minérales par dessiccation ou par incinération ne convient pas pour déterminer la teneur réelle en substances minérales et propose des méthodes de détermination des cations et des anions pris individuellement ou en totalité.

85. La délégation du Royaume-Uni a attiré l'attention du Comité sur le sens ambigu du paragraphe de la rubrique A concernant la définition de l'eau minérale naturelle; il y est dit qu'il appartient à l'organe compétent du pays d'origine de décider si une eau (il faudrait à ce propos spécifier qu'il s'agit d'eau "potable" car la définition couvre également les eaux naturelles utilisées pour des bains) est une "eau minérale naturelle", ce qui pourrait se rapporter aussi bien à

l'alinéa i) qu'à l'alinéa ii) de la définition. Le Comité demande que cette question soit éclaircie.

86. Le Comité note que la prochaine publication du Volume VIII du Deutsches Handbuch der Lebensmittelchemie contient des méthodes d'analyse appropriées pour les eaux minérales sans toutefois arrêter son choix sur une méthode et renvoie cette question au Comité de coordination pour l'Europe en le priant de proposer des méthodes. La délégation suisse accepte de préparer un document de travail sur ce sujet.

TREIZIEME PARTIE

DETERMINATION DE LA TENEUR EN SODIUM DES ALIMENTS DIETETIQUES OU DE REGIME PAUVRES EN SODIUM (étape 5)

87. Le Comité était saisi du document CCDF/69/6 contenant deux méthodes de détermination de la teneur en sodium, par photométrie de flamme, proposées par le Secrétariat de la FAO et approuvées par le Comité du Codex sur les aliments diététiques ou de régime. Le Comité estime qu'une de ces méthodes, celle de l'Association des Producteurs français de la biscuiterie ^{1/}, a été mise au point spécialement pour les aliments très pauvres en sodium et doit être adoptée à présent par l'Association des fabricants d'aliments diététiques de la CEE (IDACE). La délégation des Etats-Unis demande que les résultats des études conjointes effectuées au sujet de cette méthode soient transmis au Comité. La délégation autrichienne est d'avis qu'il conviendrait également d'envisager des méthodes spectrophotométriques d'absorption atomique. Le Comité est convenu de transmettre le document CCDF/69/6 aux gouvernements pour observations, étant entendu que la méthode IDACE sera communiquée dans les langues de travail de la Commission.

QUATORZIEME PARTIE

UNIFORMISATION DES METHODES D'ANALYSE SENSORIELLE

88. La délégation de la Pologne a fait un compte-rendu verbal au Comité d'où il ressort que les commentaires parvenus au sujet du rapport préparé pour la session de 1968 sur ce sujet (MA/68/2) ont été peu nombreux. Plusieurs délégations ont signalé que leur pays travaille activement dans ce domaine qu'ils jugent très important. Le représentant de l'ISO déclare que son Comité technique 34 poursuit également des activités dans ce domaine et que ce Comité devrait se mettre en liaison avec le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage. Sur la demande de la délégation de l'Australie, le représentant de la République fédérale d'Allemagne a entrepris de dresser une liste des publications traitant de l'analyse sensorielle.

89. En réponse à une question posée par le Secrétariat, le représentant de l'ISO a déclaré que bien que les méthodes d'analyse sensorielle soient généralement applicables aux critères pertinents des normes Codex, elles ne sont pas toujours suffisamment détaillées pour permettre un examen sensoriel moderne.

90. Le Comité remercie la délégation polonaise pour le document qu'elle a bien voulu préparer, et décide d'attendre les résultats des travaux de l'ISO avant d'entreprendre d'autres démarches.

1/ Bulletin d'information technique, CTU.

QUINZIEME PARTIE

METHODES D'ANALYSE GENERALEMENT APPLICABLES AU CODEX ALIMENTARIUS

91. La délégation polonaise a préparé un rapport sur ce sujet (MA/68/1) et ce rapport a été communiqué aux gouvernements pour commentaires. Elle a signalé que les commentaires avaient été très peu nombreux. Le Comité est convenu pour le moment de placer entre crochets les alinéas traitant des tests microbiologiques (5) et des résidus de pesticides (7.11). Il reconnaît que ce rapport donne une représentation schématique très utile du type de méthodes générales qui devra finalement figurer dans le Codex Alimentarius (au chapitre des méthodes d'analyse). Les gouvernements seront priés à nouveau de présenter leurs commentaires, au plus tard le 1er août 1970; le rapport préparé par la Pologne sera réexaminé à la sixième session compte tenu des commentaires parvenus.

SEIZIEME PARTIE

METHODES D'ANALYSE POUR LES AGENTS DE CONSERVATION ET LES ANTIOXYGENE UTILISES DANS LES ALIMENTS (étape 4)

92. Le Comité était saisi des documents CODEX/ANALYS/67/8 et 10 préparés à l'origine par la délégation des Pays-Bas, des documents MA/68/11 et 12 révisés en 1969 et du document CODEX/ANALYS/69/B/6 contenant les commentaires des gouvernements. Faute de temps, le Comité n'a pu discuter de ces documents en détail. Le Comité décide à l'unanimité que les méthodes d'analyse des additifs alimentaires sont très importantes et qu'il lui incombe de les mettre au point, mais qu'elles avaient été ajournées jusqu'ici parce qu'il fallait confirmer des méthodes pour d'autres critères des normes Codex, méthodes qu'avaient proposées les Comités des produits du Codex. Le Comité déclare qu'il est indispensable de choisir le plus rapidement possible des méthodes pour les additifs alimentaires car certaines normes Codex parvenues à des étapes avancées contiennent des dispositions visant les additifs alimentaires alors qu'aucune indication n'y figure en ce qui concerne la méthode d'analyse à employer.

93. Outre la disposition relative aux additifs qui figure dans les normes Codex, le Comité déclare qu'il est tout aussi important d'élaborer des méthodes de détection des additifs alimentaires jugés inacceptables. Le représentant de l'OMS s'est déclaré prêt à fournir une liste de ces additifs. La délégation des Pays-Bas préparera un autre rapport pour la prochaine session, comprenant des méthodes de détection des antioxygène et des agents de conservation non autorisés (liste établie par l'OMS) qui peuvent se trouver dans les aliments.

94. Le Comité décide que les méthodes qui figurent dans les documents CODEX/ANALYS/67/8 et 10 ne doivent pas être portées à l'étape 5.

DIX-SEPTIEME PARTIE

METHODES DE DETECTION ET D'IDENTIFICATION DES COLORANTS UTILISES DANS LES ALIMENTS

95. Le Comité était saisi du document CODEX/ANALYS/68/9 préparé par la délégation du Royaume-Uni et d'une lettre circulaire rédigée par le Secrétariat (CL 1969/20), ainsi que des commentaires présentés par les gouvernements (CODEX/ANALYS/69/B/7 avec addendum et résumé d'autres commentaires réunis par la délégation du Royaume-Uni). La délégation du Royaume-Uni déclare que la méthode indiquée dans le rapport, méthode par chromatographie sur papier, détecte à la fois les colorants hydro-solubles autorisés et ceux qui ne le sont pas. Dans certains cas, il faut aussi prévoir des procédés quantitatifs pour les colorants dont l'emploi

est limité selon les dispositions des normes Codex, encore qu'il puisse être suffisant parfois d'indiquer des essais à la limite.

96. Le Comité est convenu de ne pas porter les méthodes décrites dans le document CODEX/ANALYS/68/9 à l'étape 5 et de revoir le présent document à la lumière des récents progrès réalisés dans ce domaine, y compris celui de la chromatographie en couche mince. La délégation des Pays-Bas a fait allusion à la méthode CEE. Celle du Royaume-Uni a accepté de préparer un document révisé pour la sixième session du Comité et les délégations de l'Autriche, des Pays-Bas et des Etats-Uni se sont engagées à fournir à la délégation du Royaume-Uni des renseignements au sujet de ces méthodes.

DIX-HUITIEME PARTIE - QUESTIONS DE PROCEDURE

TRAVAUX FUTURS

97. Le Comité partage l'avis de la délégation du Royaume-Uni selon qu'il convient de réserver la plus grande priorité à l'examen des méthodes d'analyse des additifs alimentaires et par conséquent de placer cette question en tête de l'ordre du jour de la sixième session du Comité. Il est convenu d'étudier les agents de conservation, les antioxygène, les colorants, les édulcorants artificiels et les contaminants métalliques et que tous les rapports traitant de ces sujets devraient être transmis au Secrétariat au plus tard le 1er août 1970.

98. La délégation du Royaume-Uni souligne qu'il importe d'envisager des méthodes générales de détermination des contaminants métalliques, applicables à tous les produits. La délégation du Canada partage cet avis et accepte de préparer un document de travail pour la prochaine session; la délégation du Royaume-Uni lui offre sa collaboration. Le Comité devra également examiner la question de la détermination des résidus de solvants et de tout résidu provenant d'impuretés présentes dans les solvants. Le Comité décide de ne pas entreprendre d'autres travaux car la tâche qu'il s'est déjà fixée est très considérable.

AUTRES QUESTIONS

99. Plusieurs délégations ont fait observer à nouveau qu'il faut que les documents parviennent suffisamment à temps pour qu'il soit possible de les soumettre aux experts compétants et de connaître leur avis. (voir également le paragraphe 100).

DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION

100. Pour permettre une distribution rapide des documents de travail, en particulier de ceux qui ont été établis à la suite des sessions des Comités des produits réunies immédiatement avant la réunion du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, le Comité est convenu de tenir sa sixième session au moins deux mois après la dernière réunion des Comités des produits ayant des questions à soumettre au présent Comité. La dernière semaine de janvier 1971 a été proposée, mais le Secrétariat déclare que cette date doit être confirmée par la Commission et qu'en raison des dispositions prises il pourrait être difficile de distribuer à temps le rapport de la sixième session du Comité aux participants à la huitième session de la Commission.

LISTE DES PARTICIPANTS

Président: Professeur Dr. R. Franck

Bundesgesundheitsamt
1 Berlin 33, Postfach

ARGENTINE

Dr. M. Quadri
Botschaftssekretär
Argentinische Botschaft
53, Bonn, Adenauer Allee 52

AUSTRALIE

L. Martin, B.Sc.
Principal Research Chemist
Commonwealth Laboratory
Department of Customs and Excise
Customs House, 11 William Street
Melbourne 3000, Victoria

AUTRICHE

Dr. H. Woidich
Lebensmittelversuchsanstalt
A 1190 - Vienne, Blasstr. 29

BELGIQUE

J. Gosselé, Ingénieur
Chef du Laboratoire des denrées alimentaires
Institut d'Hygiène
14, rue Jul. Wytman
Bruxelles 5

CANADA

Dr. D.M. Smith
Office for International Standards
Bureau of Food Advisory Services
Food and Drug Directorate
Dept. of National Health and Welfare
200 Isabella Street
Ottawa 4

CUBA

C. García Díaz
Jefe Dpto. Normas y Control de Calidad
Ministerio de la Industria Alimenticia
Avenida 41, No. 4455
La Habana

E. Hechavarría Fernández
Jefe de los Laboratorios Generales
Ministerio de la Industria Alimenticia
Avenida 41, No. 4455
La Habana

ALLEMAGNE, REP. FED.

H.P. Mollenhauer
Regierungsdirektor
Bundesministerium für Jugend, Familie und
Gesundheit
53 Bonn - Bad Godesberg

Dr. M. Depner
Regierungschemiedirektor des Staatlichen
Chemischen Untersuchungsamtes Wiesbaden
62, Wiesbaden, Hasengartenstr. 24

Dr. Johannsmann
Bundesministerium für Ernährung
Landwirtschaft und Forsten
Bonn - Duisdorf, Postfach

Dr. H. Lange
Fachgruppe "Lebensmittelchemie und
Gerichtliche Chemie"
6235 Okriftel/Main, Hatterscheimer Str. 100

Dr. W. Pölert
Bund für Lebensmittelrecht und
Lebensmittelkunde
5343 Aegidienberg

Dr. P. Vogel
Bund für Lebensmittelrecht und
Lebensmittelkunde
419 Kleve, Flandrische Str. 16

Dr. H. Wessels
Bundesanstalt für Fettforschung
44 Münster (Westf.), Piusallee 76

Dr. N. Antocacopoulos
Bundesforschungsanstalt für Fischerei
Institut für Biochemie und Technologie
2 Hamburg 50, Palmaille 9

Dr. G. Vorwohl
Landesaustalt für Bienenkunde
7 Stuttgart - Hohenheim, Emil-Wolff-Str. 60

FINLANDE

E.M. Karamäki
Leiter des Chemischen Laboratoriums der
Zollverwaltung
Box 10512
Helsinki

FINLANDE (suite)

J. Rajama
Researcher
The State Institute for Technical Research
Otaniemi, Helsinki

FRANCE

Dr. Sansoulet-Planté
Pharmacien
Directeur du Laboratoire Central de la
Répression des Fraudes
8, rue du Bac, Ablon s/Seine 94

HONGRIE

J. Szilágyi
Deputy Head of Department
Ministry of Food and Agriculture
Kossuth Lajos-tér 11
Budapest V

T. Zoltán
Secretary of the Hungarian National
Codex Committee
Hungarian Office for Standardization
Ullői-út 25
Budapest IX

IRLANDE

Dr. P.P. Donovan
Public Analyst
Public Analyst's Laboratory
Regional Hospital
Galway Region

JAPON

S. Yoshikawa
Chief of Analysis Division
Food Research Institute
Ministry of Agriculture
14, 1-Schiohama Koto-ku
Tokyo

S. Sunaga
Chief of the Agricultural and Marine
Products Division
Japan Trade Centre
535 Oxford Street
London W.1

K. Kumo
Botschaftssekretär
Japanische Botschaft in Bonn
53 Bonn - Bad Godesberg, Kölner Str. 139

PAYS-BAS

Dr. P.L. Schuller
Head of Laboratory of Chemical Food Analysis
Institute of Public Health
Sterrenbos 1
Utrecht

Dr. J.G. van Ginkel
Director
Government Dairy Station
(Rijkszuivelstation)
Vreewijkstraat 12B
Leiden

Dr. P.W.M. van der Weijden
Unilever
's Jacobsplein 1
Rotterdam

NORVEGE

Prof. St. Hauge
Head of Department
Dept. of Food Hygiene
Veterinary College of Norway
Norges Veterinaerhøgskole
Oslo 4

POLOGNE

A. Zaboklicki
Ministry of Foreign Trade
Quality Inspection Office
Putaskiego 6
Gdynia

W. Martinek
Ministry of Foreign Trade
Quality Inspection Office
Reymonta 11/13
Poznan

PORTUGAL

Dr.^a M.E. da Silva Graça
Chefe do Laboratório de Higiene da
Alimentação e Bromatologia do
Instituto Superior de Higiene
"Dr. Ricardo Jorge"
Campo Martines da Patria, 91
Lisboa

SUEDE

Dr. H. Guthenberg
National Institute of Public Health
Solnavägen 1
104 01 Stockholm 60

SUISSE

Prof. Dr. O. Högl
Universität Bern
Grüneckweg
Bern

Dr. J.C. de Man
Head Control Laboratory
AFICO, S.A.
1814 La Tour-de-Peilz

Dr. H. Rentschler
Adjunkt der Eidg. Forschungsanstalt
Wädenswil
CH-8820 Wädenswil

Dr. A. Maurizio, Frau
Rosenweg 9
3097 Liebefeld - Bern

TURQUIE

E.H. Yeginer
Conseiller Commercial de
l'Ambassade de Turquie en
Allemagne Fédérale à Bonn
Ministère de l'Economie Nationale
Ankara

ROYAUME-UNI

T.J. Coomes
Principal Scientific Officer
Ministry of Agriculture, Fisheries and Food
Great Westminster House
Horseferry Road
London S.W.1

Dr. H. Egan
Senior Superintendent
Environmental Chemistry Group
Laboratory of the Government Chemist
Cornwall House, Stamford Street
London, S.E.1

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

Dr. P.C. Young
Group Manager
British Standards Institution
BSI, 2 Park Street
London W.1

ETATS-UNIS D'AMERIQUE

Dr. W. Horwitz
Assistant Director
Bureau of Science SC-3
Food and Drug Administration
Washington, D.C. 20204

R.P. Farrow
Research Coordinator and
Head of Chemistry
National Canners Association
1133, 20th Street, N.W.
Washington D.C. 20036

J.J. Mertens
Director Overseas Department
National Canners Association
32, Oudaan
Antwerpen (B-2000)

J.A. Yeransian
Senior Group Leader
Analytical Laboratory
General Foods Technical Center
White Plains
New York 10602

YUGOSLAVIE

S. Štalić
Chief of Quality Control Foodstuffs
Federal State Quality Control
Foodstuffs
Savezni Trzisni Inspektorat
1 Bulevar 104
Beograd

ASSOCIATION OF OFFICIAL
AGRICULTURAL CHEMISTS (AOAC)

Dr. W. Horwitz
Executive Director
Association of Official Analytical Chemists
Box 540, Benjamin Franklin Station
Washington D.C. 20044

Dr. D.M. Smith (Voir: Canada)

COMMISSION DES COMMUNAUTES
EUROPEENNES

Mlle O. Demine
Chimiste U. Lv.
Administrateur à la Direction Générale
de l'Agriculture
129, rue Stevin
Bruxelles 4

COMITE INTERNATIONAL PERMANENT
DE LA CONSERVE (CIPC)

J.J. Mertens (aux bons soins de :)
Mr. G. Jumel
President Comité Legislation, C.I.P.C.
49, rue de Monceau
Paris 8ème

FEDERATION INTERNATIONALE DES
PRODUCTEURS DE JUS DE FRUITS (FIPJF)

Dr. H. Rentschler
Président de la Sous-Commission
"Analyses" de la FIPJF
Station Fédérale de Recherche
CH-8820 Wädenswil

FEDERATION EUROPEENNE DES
IMPORTATEURS DE FRUITS SECS,
CONSERVES, EPICES ET MIEL (FRUCOM)

J.J. Mertens
Vice-President, FRUCOM
30, St. Amelbergalei
Schoten (B-2120) (Belgium)

INTERNATIONAL FEDERATION OF
GLUCOSE INDUSTRIES (IFG)

Dr. C. Nieman
Chairman, Expert Committee
International Federation of Glucose Industries
172 Joh. Verhulststraat
Amsterdam

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR
STANDARDIZATION (ISO/TC 34)

Dr. P.C. Young (Voir: Royaume-Uni)

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR
STANDARDIZATION (ISO/TC 34 WG 2)

Dr. U. Haevecker
Fachnormenausschuss Landwirtschaft
in Deutschen Normenausschuss
1 Berlin 30, Burggrafenstr. 7

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR
STANDARDIZATION (ISO/SC 5)

Dr. J.G. van Ginkel (Voir: Pays-Bas)

NORDISK METODIKKOMITE FOR
LEVNEDSMIDLER (NMKL)

Dr. H. Guthenberg (Voir: Suède)

OFFICE INTERNATIONAL DE LA
VIGNE ET DU VIN (OIV)

Prof. P. Jaulmes
Docteur ès Sciences-Docteur en Pharmacie
Professeur de chimie analytique et
toxicologie
Faculté de Pharmacie
4, rue Donnat
34 Montpellier

INTERNATIONAL FEDERATION OF
BEEKEEPER'S ASSOCIATION
(APIMONDIA)

Dr. J. Pourtallier
Chef de Service Chimie
Laboratoire de Recherches Veterinaires
63, Avenue des Arènes
Nice, A.M.

Dr. H. Duisberg
Leiter des Instituts für Honigforschung
28 Bremen, Stresemannstr. 35

OFFICE INTERNATIONAL DU CACAO
ET DU CHOLOLAT (OICC)

Dr. G.F. Schubiger
Präsident der Expertenkommission des OICC
AFICO S.A.
1814 La Tour-de-Peilz

WORLD HEALTH ORGANIZATION (WHO)

Dr. C. Agthe
Senior Scientist
Food Additives Unit
Avenue Appia
Geneva

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION
OF THE UNITED NATIONS (FAO)

Dr. C. Jardin
Food Standards Officer
FAO/WHO Food Standards Programme
00100 Rome

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

SECRETARIAT

Dr. W. Krönert
Wissenschaftlicher Direktor
Bundesgesundheitsamt
1 Berlin 33, Postfach

LISTE DES DOCUMENTS

Numéro du document

- | | |
|---|---|
| CODEX/ANALYS/69/A/1 Rév. | - Liste provisoire révisée des documents |
| CODEX/ANALYS/69/A/2 Rév. | - Ordre du jour provisoire révisé |
| CODEX/ANALYS/69/A/3 | - Méthodes d'analyse pour les graisses et les huiles |
| CODEX/ANALYS/69/A/4 | - Méthodes d'analyse pour les fruits et légumes traités |
| CODEX/ANALYS/69/A/5 | - Méthodes d'analyse pour les eaux minérales naturelles |
| CODEX/ANALYS/69/A/6 | - Méthodes d'analyse pour les champignons comestibles |
| CODEX/ANALYS/69/A/7 | - Méthodes d'analyse et d'échantillonnage pour les poissons et les produits de la pêche |
| CODEX/ANALYS/69/A/8 | - Procès-verbal de la Réunion du Groupe de rédaction sur les méthodes d'analyse pour les jus de fruits (28-29 novembre 1969) |
| CODEX/ANALYS/69/B/1
CODEX/ANALYS/69/B/1 Add.1 | - Observations des gouvernements sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage pour les jus de fruits |
| CODEX/ANALYS/69/B/2 | - Etude synoptique des observations des gouvernements sur la procédure technique d'échantillonnage |
| CODEX/ANALYS/69/B/3
CODEX/ANALYS/69/B/3 Add.1
CODEX/ANALYS/69/B/3 Add.2 | - Etude synoptique des observations des gouvernements sur les Plans d'échantillonnage des denrées préemballées - et, extraits des rapports des Comités du produit |
| CODEX/ANALYS/69/B/4
CODEX/ANALYS/69/B/4 Add.1 | - Etude synoptique des observations des gouvernements sur le Plan type pour une méthode Codex d'analyse |
| CODEX/ANALYS/69/B/5
CODEX/ANALYS/69/B/5 Add.1 | - Etude synoptique des observations des gouvernements sur les méthodes d'analyse pour le miel |
| CODEX/ANALYS/69/B/6 | - Etude synoptique des observations des gouvernements sur les méthodes de détection et d'identification des agents de conservation et des antioxygène |

- CODEX/ANALYS/69/B/7
CODEX/ANALYS/69/B/7 Add. 1
et Résumé des commentaires
formulés par la délégation
du Royaume-Uni (sans cote)
- CODEX/ANALYS/69/C/1
- CODEX/ANALYS/69/C/4
- CODEX/ANALYS/69/C/5
- CODEX/ANALYS/69/C/5 Add. 1
- ALINORM 68/23
- ALINORM 69/6
- ALINORM 69/11
- ALINORM 69/14
- ALINORM 69/18
- ALINORM 69/20
- ALINORM 69/23
- Résumé des commentaires des gouvernements sur les méthodes de détection et d'identification des colorants ajoutés aux denrées alimentaires
 - Détermination des impuretés minérales dans les fraises en conserve (méthodes proposées par le Royaume-Uni)
 - Détermination de l'activité diastasique du miel (document préparé par les Pays-Bas)
 - Etude faite en collaboration sur le dosage de l'anhydride sulfureux total dans les sucres (préparé par les Pays-Bas)
 - Méthode Monier-Williams (Méthode officielle de l'ICUMSA)
 - Rapport de la troisième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, Berlin, 24-27 octobre 1967
 - Rapport de la sixième session du Comité de Coordination pour l'Europe, Vienne, 4-8 novembre 1968
 - Rapport de la cinquième session du Comité du Codex sur les graisses et les huiles, Londres, 16-20 septembre 1968
 - Rapport de la cinquième session du Groupe mixte CEE/Codex Alimentarius d'experts de la normalisation des jus de fruits, Rome, 25-29 mars 1968
 - Rapport de la troisième session du Comité du Codex sur les poissons et les produits de la pêche, Bergen, 7-11 octobre 1968
 - Rapport de la cinquième session du Comité du Codex sur les fruits et légumes traités, Washington, 13-17 mai 1968
 - Rapport de la quatrième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, Berlin, 11-15 novembre 1968

- ALINORM 69/25
- ALINORM 69/27
- ALINORM 69/67
- ALINORM 70/3
- ALINORM 70/10
- ALINORM 70/11 - LIM I
- ALINORM 70/20
- SP 10/75, SP 10/101,
CODEX/ANALYS/67-2
- CODEX/ANALYS/68-2(1)
- FJ 4(CX 5/55.3)
Janvier 1968
- CODEX/FRUJU/69/4
- CL 1967-27 et
CODEX/FRUJU/69/2
- Rapport de la quatrième session du Groupe mixte CEE/Codex Alimentarius d'experts de la normalisation des denrées surgelées, Genève, 2-6 septembre 1968
 - Plans d'échantillonnage pour les denrées alimentaires préemballées (ex.Plans d'échantillonnage pour les fruits et légumes traités), Projet de norme révisé, préparé par les Etats-Unis, août 1968.
 - Rapport de la sixième session de la Commission du Codex Alimentarius, Genève, 4-14 mars 1969
 - Rapport de la quatorzième session du Comité exécutif
 - Rapport de la septième session du Comité du Codex sur les produits cacaotés et le chocolat
 - Extraits du rapport provisoire de la sixième session du Comité du Codex sur les graisses et les huiles
 - Rapport de la sixième session du Comité du Codex sur les fruits et légumes traités, Washington, 12-16 mai 1969
 - Etude synoptique des méthodes d'analyse pour les jus de fruits, préparée par la délégation de la République fédérale d'Allemagne
 - Résumé des commentaires transmis par les gouvernements et les organisations sur l'étude synoptique des méthodes d'analyse des jus de fruits
 - Questions découlant du rapport de la troisième réunion du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, Méthodes d'analyse pour les agents de conservation utilisés dans les jus de fruits
 - Commentaires de la délégation suisse sur la cadmium
 - Méthodes d'analyse et d'échantillonnage des jus de fruits

- QFF/MAS/1(1969)
- Rec. ISO R763
- QFF/MAS/4(1969)
- CODEX/ANALYS/68/14
- CODEX/ANALYS/68/15
- MA/68/2, Janvier 1968
- MA/68/11 Révisé
Septembre 1969
- SP 10/101
CODEX/ANALYS/67-10
- MA/68/12 révisé
Septembre 1969
- SP 10/101
CODEX/ANALYS/67-8
- CODEX/ANALYS/68/10
- CODEX/ANALYS/68/11
- CODEX/ANALYS/68/13
- MA/68/1
- CL 1969-20 et
CODEX/ANALYS/68/9
- Méthode de détermination des "Cendres insolubles dans l'acide chlorhydrique" pour les fraises surgelées et produits analogues, texte préparé par la délégation des Etats-Unis
 - Détermination des cendres insolubles dans l'acide chlorhydrique (fruits et légumes)
 - Méthode de cuisson des légumes surgelés, texte proposé par la délégation des Etats-Unis
 - Détermination du poids net des fruits et légumes surgelés, texte proposé par la délégation des Etats-Unis
 - Détermination de la teneur en solides insolubles dans l'alcool des petits pois surgelés, texte proposé par la délégation des Etats-Unis
 - Unification des méthodes d'analyse sensorielle, texte proposé par la Pologne
 - Méthodes d'analyse des agents conservateurs
 - Agents conservateurs, Rapport préparé par la délégation des Pays-Bas
 - Méthodes d'analyse des antioxygène
 - Antioxygène, Rapport préparé par la délégation des Pays-Bas
 - Examen microscopique des miels
 - Détermination quantitatives des sucres des miels par chromatographie en phase gazeuse
 - U.V. - Détermination spectrophotométrique de la teneur en HMF des miels
 - Partie générale de la section "Méthodes d'analyse" du Codex Alimentarius. Proposition de la Pologne
 - Méthodes de détection et d'identification des colorants ajoutés aux aliments, préparées par la délégation du Royaume-Uni

CCDF/69/6

- Détermination de la teneur en sodium des aliments diététiques ou de régime pauvres en sodium. Note du Secrétariat

ISO/TC 34/WG (Secr. 9) 17*

- Guide et plan type pour la rédaction des méthodes d'échantillonnage

(sans numéro)

- AOAC Style Manual

* Distribué à Cologne

ALUMINE BASIQUE
(voir par. 14)

(Proposition de la délégation française
acceptée par le Comité)

REACTIFS (voir le document ALINORM. 68/23, Annexe IV, page 38)

1. Cyclohexane spectrophotométriquement pur: transmission minimale à 220nm; 40% et transmission minimale à 250nm: 95% par comparaison avec l'eau distillée.
2. Alumine basique d'activité connue
 - 2.1 On obtient l'alumine basique d'activité Brockmann I (0% H₂O) en chauffant pendant x 1/ heures, à y 1/°C de l'alumine basique (pour chromatographie) de granulométrie comprise entre 30 µ et 130 µ (80 µ en moyenne).
 - 2.2 Ajouter à 100 g de ce produit z 1/ ml d'eau distillée pour obtenir de l'alumine basique dont l'activité Brockmann est de ... (II ou III) 1/.
 - 2.3 Méthode utilisée pour déterminer l'activité de l'alumine :
 - 2.3.1 Introduire 30 g d'alumine basique (obtenue de la manière indiquée ci-dessus) dans une colonne pour chromatographie d'une longueur de 45 cm et d'un diamètre de 35 mm;
 - 2.3.2 Faire passer sur cette alumine, dans les conditions décrites par la méthode, un mélange de 95% d'huile d'olive vierge, d'extinction spécifique (à 270 nm) inférieure à 0,18 et de 5% d'une huile d'arachide traitée par les terres décolorantes et ayant à 270 nm une extinction d'au moins 4.
 - 2.3.3 Si le mélange présente une extinction spécifique supérieure à 0,11 l'alumine est acceptable. Si l'élution des triènes conjugués sur cette alumine ne s'est pas produite, il faut utiliser une alumine plus hydratée.

1/ A préciser ultérieurement par la délégation française.

METHODES D'ANALYSE POUR LES DENREES SURGELEES

A. DETERMINATION DU POIDS NET DES FRUITS ET LEGUMES CONGELES

La méthode d'analyse décrite ci-après a été confirmée pour les fruits et légumes surgelés.

1. CHAMP D'APPLICATION

La présente méthode est applicable à tous les fruits et à tous les légumes surgelés.

2. DEFINITION

Le poids net est le poids du produit proprement dit, y compris du milieu de couverture, déterminé selon la méthode décrite ci-après.

3. PRINCIPE

Le poids du récipient ainsi que du produit qu'il contient est déterminé. Le poids du récipient lui-même l'est également. Le poids net correspond à la différence entre ces deux chiffres.

4. APPAREILLAGE

4.1 Balance de capacité adéquate ayant une sensibilité de 0,25 g (ou 0,01 oz), pour les récipients pesant jusqu'à 2 kg (ou 5 lb).

4.2 Balance de capacité adéquate ayant une sensibilité de 0,70 g (ou 0,025 oz), pour les récipients pesant plus de 2 kg (ou 5 lb).

5. MODE OPERATOIRE

5.1 Placer la balance sur un support rigide et plat, et mettre l'aiguille sur le zéro.

5.2 Prendre le récipient dans la chambre froide où il est entreposé et essuyer, à l'aide d'une serviette, le givre et la glace qui se trouvent sur la face extérieure du récipient.

5.3 Peser immédiatement le récipient non encore ouvert et noter le poids brut (G).

5.4 Ouvrir le récipient et vider le contenu: produit plus particules de produit, givre, cristaux de givre et de glace, qui peuvent adhérer au récipient.

5.5 Eponger l'eau libre avec une serviette et sécher à l'air le récipient vide à la température ambiante.

5.6 Peser le récipient sec et vide, puis noter son poids (tare) (T).

7: CALCUL

Calculer le poids net de l'échantillon en appliquant la formule qui suit:

$$\text{Poids net} = G - T$$

où :

G = poids brut déterminé selon 5.3

T = tare déterminée selon 5.6.

B. METHODE DE DECONGELATION POUR LES FRUITS ET LEGUMES SURGELES (*)

1: CHAMP D'APPLICATION

La présente méthode est généralement applicable à tous les fruits et légume surgelés. Si un produit exige un traitement particulier, non entièrement prévu par la méthode décrite ci-après, la technique de décongélation appropriée devrait être indiquée dans la norme intéressant le produit en cause.

2: PRINCIPE DE LA METHODE

2.1 Il existe deux méthodes générales pour décongeler les fruits et les légumes surgelés - soit a) la décongélation à l'air, et b) la décongélation à l'eau. La deuxième méthode est plus rapide et dans certains cas préférable à la première. Certains produits se décongèlent plus rapidement que d'autres. C'est ainsi que les petits pois ou les brocolis congelés se décongèlent beaucoup plus vite que les légumes feuillus. On ne peut donc pas indiquer de durée spécifique pour une décongélation convenable. L'analyse apprendra par expérience à déterminer la meilleure procédure et le temps nécessaire pour chaque produit.

2.2 Pendant la décongélation, il faut prendre toutes les précautions nécessaires pour éviter que le produit ne s'abîme ou ne se dégrade de manière à perdre ses caractéristiques véritables. Les fruits surgelés risquent davantage d'être abîmés pendant la décongélation que les légumes surgelés. Les fruits de couleur claire (tels que les pêches et les abricots) ainsi que les cerises rouges s'oxydent très facilement et il faut en évaluer la couleur quand ils sont encore entourés de quelques cristaux de glace. Certains fruits présentent des ruptures de texture ou "saignes" quand on les soumet à une décongélation de durée excessive. La décongélation rapide contrôlée constitue donc la formule la plus souhaitable pour préparer le produit en vue d'un examen de laboratoire.

(*) Cette méthode a été renvoyée au Comité des produits (voir par. 50 du présent rapport).

3. APPAREILLAGE

- 3.1 Bain-marie à thermostat avec pompe pour assurer la circulation de l'eau.
- 3.2 Ventilateur électrique - facultatif pour la décongélation à l'air.
- 3.3 Sacs en matière plastique ou récipients appropriés à fermeture étanche - facultatifs pour les sous-échantillons prélevés dans de grands récipients.

4. ECHANTILLONNAGE

On utilise tel quel un paquet entier ou un échantillon unitaire; toutefois, dans le cas des emballages en vrac ou des emballages pour collectivités, il n'est pas commode d'utiliser tout le récipient, et un sous-échantillon représentatif d'environ 1 à 2 kg convient pour les essais et l'examen organoleptique.

5. MODE OPERATOIRE

5.1 Fruits et baies surgelés

5.1.1 Emballages pour la vente au détail

Décongeler dans les récipients fermés, à la température ambiante, jusqu'à ce que le produit soit suffisamment dégelé pour que l'on puisse séparer et manipuler facilement chaque fruit. On peut accélérer la décongélation en plaçant les cartons sur une table, en les espaçant et dirigeant sur eux un courant d'air produit par un ventilateur. Quand le produit est emballé dans des récipients hermétiquement fermés, on peut le placer dans un bain-marie à une température ne dépassant pas 30°C pour accélérer la décongélation.

5.1.2 Emballages en vrac ou emballages pour collectivités

Si on utilise tout le récipient, la méthode de décongélation est la même que celle qui est décrite sous 6.1.1 pour les emballages destinés à la vente au détail.

Si on emploie un sous-échantillon représentatif (dans bien des cas c'est la seule solution pratique), placer ce sous-échantillon dans un récipient approprié, sac en matière plastique ou boîte métallique, et décongeler à l'air ou à l'eau comme indiqué ci-dessus.

5.2 Légumes surgelés

5.2.1 Décongélation à l'air

Laisser le produit se décongeler dans le récipient fermé à la température ambiante. On peut envoyer un courant d'air au moyen d'un ventilateur électrique pour accélérer la décongélation.

5.2.2 Décongélation à l'eau

5.2.2.1 En récipient fermé ou scellé - Décongeler de la même manière que dans le cas des fruits surgelés, paragraphe 5.1.2, en plongeant l'emballage hermétiquement fermé dans un bain-marie d'une température ne dépassant pas 30°C.

5.2.2.2 Par contact direct - La plupart des légumes surgelés peuvent être décongelés par contact direct avec l'eau sans que les caractéristiques du produit fini en soient affectées. Le maïs surgelé et les produits contenant du maïs font exception et ils doivent être décongelés à l'air. Retirer le produit surgelé de son emballage et le plonger directement dans de l'eau à une température ne dépassant pas 30°C. Dès que le produit est suffisamment décongelé pour que l'on puisse séparer facilement chaque unité, égoutter sur un tamis de dimensions convenables (8 mailles par pouce) pour éliminer l'excédent d'eau et placer le produit sur un plateau pour examen.

5.2.3 Précautions

5.2.3.1 Produits particuliers

Certains produits, tels que le maïs surgelé, devraient toujours être décongelés à l'air; ou décongelés à l'eau dans des récipients hermétiquement fermés de manière à éviter l'extraction par lessivage des solides solubles ou des constituants du produit.

5.2.3.2 Odeur et saveur

S'il existe des indices de saveurs ou d'odeurs étrangères dans le produit, au moment de l'ouverture des emballages, ne pas le décongeler à l'eau (c'est-à-dire par contact direct avec l'eau) avant de le cuire, car la saveur suspecte peut être éliminée partiellement pendant ce type de décongélation. Placer ces échantillons suspects dans le plat de cuisson alors qu'ils sont encore congelés.

C. METHODE DE CUISSON DES LEGUMES SURGELES (*)

1. CHAMP D'APPLICATION

La présente méthode est applicable à tous les légumes surgelés.

2. PRINCIPES

De nombreux produits congelés, en particulier les légumes, doivent être cuits pour que l'on puisse procéder à l'examen complet du produit. Dans certains cas, la cuisson est nécessaire pour que l'on puisse évaluer convenablement la texture, la tendreté ou la maturité du produit. Dans d'autres cas, on peut devoir examiner la saveur du produit préparé.

(*) Cette méthode a été soumise à l'examen du Comité des produits (voir par. 50 du présent rapport).

La plupart des légumes surgelés sont blanchis ou partiellement pré-cuits pendant la préparation précédant la congélation. La congélation elle aussi ramollit les tissus encore davantage et les légumes surgelés exigent en conséquence un temps de cuisson égal à un tiers ou à la moitié seulement du temps nécessaire pour les produits frais. Il faut donc prendre soin de ne pas cuire ce produit plus longtemps qu'il n'est nécessaire pour une préparation culinaire normale. Toutefois, la durée de cuisson doit être suffisamment longue pour que le produit soit plus tendre que lorsqu'il est cru ou non cuit. (*)

3. ECHANTILLONNAGE

On peut généralement utiliser pour la cuisson les récipients ayant servi à l'évaluation des autres caractéristiques du produit. On ne prélève généralement pas d'échantillons distincts pour la cuisson. Cela étant, on peut effectuer, lors de l'évaluation du produit, une vérification complète en séparant nettement les opérations et en suivant un plan précis.

Dans le cas des emballages en vrac ou des emballages pour collectivités, la quantité de produit disponible est suffisante pour permettre de prendre une partie de chaque récipient pour la soumettre à l'examen visuel et à l'analyse chimique ou physique, et une autre partie (congelée) pour la cuisson. Dans le cas des emballages destinés à la vente au détail (500 grammes ou moins par exemple) la totalité du contenu du récipient peut devoir être décongelée pour permettre l'examen et l'analyse du produit. Dans de tels cas, les emballages peuvent être partiellement ou entièrement décongelés à l'air, après quoi on peut vérifier si le produit présente des odeurs ou des saveurs suspectes. Il faudrait cuire des portions des échantillons suspects pour mieux évaluer leur odeur et leur saveur. Si le produit décongelé présente une odeur normale, on peut poursuivre l'examen du produit et cuire des portions représentatives des échantillons pour tout examen jugé nécessaire. Si les emballages sont très petits, il peut être préférable de prélever des échantillons supplémentaires uniquement pour l'essai de cuisson. Toutefois, cela dépend du produit et de la possibilité de prélever un échantillon d'une grandeur supérieure à la normale.

4. METHODE DE CUISSON

4.1 Mode opératoire fondamental

Les conditions suivantes assureront l'uniformité de la cuisson des légumes congelés que l'on veut examiner:

4.1.1 Verser approximativement 225 g (8 oz) du produit dans une casserole d'une capacité de deux litres (2 "quarts") contenant environ 180 ml d'eau. L'eau dans laquelle le produit est versé doit être bouillante.

4.1.2 Amener rapidement à ébullition et laisser bouillonner légèrement.

(*) Voir le paragraphe 50 du présent rapport.

- 4.1.3 Mesurer la durée de cuisson à partir du moment où l'eau recommence à bouillir une fois que le légume y a été introduit.
- 4.1.4 Pendant la cuisson placer un couvercle sur le récipient de manière à éviter une perte d'eau excessive.
- 4.1.5 Poursuivre la cuisson pendant la durée indiquée sur le mode d'emploi figurant sur l'étiquette de l'emballage. A défaut de telles instructions, suivre la procédure indiquée sous 5.2 pour le produit considéré.
- 4.1.6 Lorsque la cuisson est terminée, éliminer l'excédent d'eau et placer le produit cuit sur un plateau.
- 4.1.7 Laisser refroidir suffisamment pour que le produit ne soit plus trop chaud et procéder aux examens organoleptiques nécessaires.

4.2 Assaisonnements

Quand on prépare des légumes surgelés destinés à la consommation domestique, on les assaisonne généralement avec des produits tels que le sel, le sucre, le beurre, le vinaigre, des épices, etc. Aux fins de l'examen de laboratoire, on recommande toutefois de ne pas employer une trop grande proportion de produits d'assaisonnement car ils risqueraient de masquer d'éventuelles saveurs indésirables.

5. NOTES CONCERNANT LE MODE OPERATOIRE

- 5.1 La durée de cuisson peut varier dans les limites indiquées selon la variété, le degré de maturité et les dimensions des morceaux.

5.2 Durées de cuisson recommandées

<u>PRODUIT</u>	<u>DUREE</u> (minutes)
Asperges, petites et moyennes	5 à 7
Asperges, longues et extra-longues	7 à 9
Haricots verts	8 à 10
Haricots beurre	7 à 9
Haricots de Lima (à grosses graines)	15 à 18
Haricots de Lima (à petites graines)	12 à 15
Brocolis	5 à 7
Choux de Bruxelles	8 à 10
Carottes	6 à 8
Choux-fleurs	3 à 5

<u>PRODUIT</u>	<u>DUREE</u> (minutes)
Maïs (grains entiers)	2 à 4
Maïs (sur épis)	5 à 8
Légumes à feuilles vertes - navets, moutarde et choux frisés	20 à 25
choux branchus	40 à 45
Mélanges de légumes	9 à 12
Gombos	8 à 10
Petits pois	3 à 5
Pois chiche	40 à 45
Petits pois et carottes	7 à 10
Epinards (en branches)	3 à 5
Epinards (hachés)	2 à 4
Courges (d'été)	5 à 7
Purée de maïs et de haricots de Lima	8 à 10

D. DETERMINATION DE LA TENEUR EN SOLIDES INSOLUBLES DANS L'ALCOOL
DES PETITS POIS SURGELES

La méthode d'analyse décrite ci-après a été confirmée pour :
Les petits pois surgelés.

1. CHAMP D'APPLICATION

La présente méthode est applicable aux petits pois surgelés.

2. DEFINITION

Par teneur en solides insolubles dans l'alcool on entend le pourcentage en masse des substances dosées selon la méthode décrite ci-après.

3. PRINCIPES DE LA METHODE

Les solides insolubles dans l'alcool qui se trouvent dans les petits pois sont constitués principalement d'hydrates de carbone (amidon) et de protéines insolubles. Faire bouillir une quantité pesée de l'échantillon avec de l'alcool faiblement dilué. Epuiser les solides avec de l'alcool jusqu'à ce que le filtrat devienne limpide, puis sécher et peser les solides insolubles dans l'alcool. La quantité présente donne une indication du degré de maturité.

4. REACTIFS

- 4.1 Ethanol (95% v/v) OU alcool dénaturé (éthanol dénaturé avec 5% v/v de méthanol).
- 4.2 Ethanol dilué (80% v/v) OU éthanol dénaturé dilué (80% v/v) (diluer avec de l'eau 8 litres du réactif selon 4.1 jusqu'à obtention d'un volume de 9,5 litres).

5. APPAREILLAGE

- 5.1 Balance analytique
- 5.2 Bêcher de 600 ml, si l'échantillon doit bouillir, ou ballon standard à bouchon en verre rôdé de 250 ml avec condenseur à reflux si l'on doit chauffer au reflux.
- 5.3 Entonnoir de Büchner
- 5.4 Capsule de dessiccation avec couvercle, à fond plat
- 5.5 Platines chauffantes ou bain-marie bouillant pour le chauffage au reflux ou l'ébullition
- 5.6 Pinces ou poids pour empêcher l'emballage de bouger dans le bain-marie pendant la décongélation
- 5.7 Exsiccateur avec un desséchant actif
- 5.8 Etuve bien ventilée et équipée d'un thermostat réglé à $100 \pm 2^{\circ} \text{C}$
- 5.9 Papier filtre, Whatman No. 1 ou équivalent
- 5.10 Macérateur ou mélangeur (ex. Atomix, Turmix, Waring ou autre)
- 5.11 Sac en matière plastique suffisamment grand pour contenir tout l'échantillon à décongeler.
- 5.12 Ecouvillon monté sur baguette de verre et courbé de manière à faciliter le nettoyage des ballons ou des béchers.
- 5.13 Bain-marie à débit continu à température ambiante ou réglé à température ambiante pour la décongélation.

6. PREPARATION DE LA PRISE D'ESSAI

- 6.1 Placer les petits pois surgelés, avec ou sans sauce, dans un sac en matière plastique et fermer le sac avec un lien. Plonger l'échantillon dans un bain-marie à débit continu à température ambiante ou réglé à température ambiante. Empêcher toute agitation du sac pendant la décongélation, au besoin à l'aide de pinces ou de poids. Sortir le sac quand le produit est entièrement décongelé. Sécher l'extérieur du sac avec du papier filtre. Vider les petits pois

sur un tamis à mailles de 2,8 x 2,8 mm (a) (b). Quand le produit est préparé en sauce, laver les petits pois sous un jet d'eau peu puissant à température ambiante jusqu'à élimination de la sauce. Incliner le tamis sans faire glisser les petits pois de manière à faciliter l'égouttage, et laisser égoutter pendant deux minutes. Essuyer le fond du tamis. Placer 250g de petits pois dans un mélangeur, ajouter 250 ml d'eau distillée et faire macérer jusqu'à obtention d'une pâte lisse. Si l'échantillon pèse moins de 250 g, utiliser l'échantillon tout entier avec une quantité équivalente d'eau distillée et faire macérer jusqu'à obtention d'une pâte lisse.

7. MODE OPERATOIRE

- 7.1 Sécher un papier filtre dans une capsule à fond plat, découverte, pendant 2 heures à $100 \pm 2^{\circ}\text{C}$. Couvrir la capsule, laisser refroidir dans un exsiccateur et peser avec précision. (Le papier filtre devrait être plus grand que la base de l'entonnoir et replié sur le pourtour pour que l'on puisse l'enlever ensuite facilement sans perdre de solides.)
- 7.2 Introduire $20 \pm 0,010$ g de pâte dans un ballon à col rond de 250 ml, ajouter 120 ml d'éthanol dénaturé ou d'éthanol et mélanger par brassage. Si l'on préfère l'ébullition au chauffage au reflux, introduire $40 \pm 0,010$ g de pâte dans un bécher de 600 ml. Ajouter 240 ml d'éthanol dénaturé ou d'éthanol, agiter et couvrir le bécher.
- 7.3 Faire refluer le bain de vapeur ou le bain-marie pendant 30 minutes ou amener à ébullition la solution se trouvant dans le bécher et la laisser frémir pendant 30 minutes sur une platine chauffante.
- 7.4 Filtrer immédiatement par aspiration sur un entonnoir de Büchner à travers un papier filtre préalablement séché et pesé.
- 7.5 Laisser décanter la plus grande partie du liquide surnageant à travers le papier filtre. Laver sans tarder les solides dans le ballon ou le bécher avec de petites quantités d'éthanol dénaturé à 80% ou d'éthanol jusqu'à ce que les liquides de lavage soient incolores, en faisant chaque fois décanter à travers le papier filtre. Veiller à baigner toute la couche de solides pendant cette opération. Transférer les solides sur le papier filtre et les étaler de façon uniforme.
- 7.6 Retirer de l'entonnoir le papier filtre contenant les résidus, le placer dans la capsule utilisée pour préparer le papier filtre et sécher à découvert dans une étuve pendant 2 heures à $100 \pm 2^{\circ}\text{C}$.
- 7.7 Couvrir la capsule, laisser refroidir dans un exsiccateur et peser avec précision. Le poids du résidu sec est représenté par la différence entre le poids déterminé en 7.1 et le poids final.

(a) Réf. Recommandation ISO R 565

(b) On peut remplacer ce tamis par un tamis US No 8 à grille normalisée (mailles de 2,38 mm).

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

8.1 Méthode de calcul

Calculer la teneur de l'échantillon en solides insolubles dans l'alcool en appliquant la formule suivante :

8.1.1 Si un échantillon de 20 g est chauffé au reflux :

Teneur en solides insolubles dans l'alcool (%) = $10 \underline{M}$

où :

\underline{M} = masse en grammes de résidu sec.

8.1.2 Si un échantillon de 40 g est chauffé au reflux :

Teneur en solides insolubles dans l'alcool (%) = $5 \underline{M}$

où :

\underline{M} = masse en grammes de résidu sec.

8.2 Répétabilité des résultats

La différence entre les résultats de déterminations parallèles (résultats obtenus simultanément ou rapidement les uns après les autres par le même analyste) ne doit pas dépasser 0,6 g de solides insolubles dans l'alcool par 100 g de produit.

8.3 Expression des résultats

Exprimer le résultat en grammes de solides insolubles dans l'alcool par 100 grammes de produit.

GUIDE ET PLAN TYPE POUR LA REDACTION DES METHODES CODEX D'ECHANTILLONNAGE

Note: Par la suite, la liste suivante de titres sera complétée d'indications plus détaillées ou d'exemples pertinents dans chaque cas. Tous ces titres de paragraphes ne figureront pas nécessairement dans les documents traitant spécifiquement de l'échantillonnage de produits particuliers ou de groupes de produits apparentés.

Titre

1. Introduction

2. Objet et domaine d'application

2.1 Objet

2.2 Domaine d'application, soit

- Destination du produit (matière première, consommation directe, etc.)
- Dimension de l'expédition ou du lot
- Produit en vrac ou en unités distinctes
- Moyens de transport ou d'entreposage
- Type d'examen (physique, chimique, sensoriel, bactériologique, etc.)
- Objet de l'examen (protection du consommateur, contrôle de l'hygiène, etc.)
- Niveau de distribution (vente en gros, vente au détail, etc.)

3. Définitions

4. Dispositions administratives

4.1 Préposé(s) à l'échantillonnage

4.2 Représentants des parties intéressées

4.3 Signatures du procès-verbal d'échantillonnage

5. Identification et examen général des lots (avant l'échantillonnage proprement dit)

6. Equipement d'échantillonnage

6.1 Appareillage pour le prélèvement d'échantillons destinés aux essais chimiques

6.2 Appareillage pour le prélèvement d'échantillons destinés aux essais microbiologiques

6.3 (Et seq) Appareillage pour le prélèvement d'échantillons en vue d'autres essais.

7. Réipients pour échantillons
8. Principe de la méthode d'échantillonnage
9. Mode opératoire (pour chaque domaine d'application)
 - 9.1 Plan d'échantillonnage
 - 9.2 Prélèvement des échantillons primaires
 - 9.3 Préparation d'un échantillon composé (échantillon global)
(ex. par mélange des échantillons primaires, réduction du mélange à la quantité voulue)
 - 9.4 Préparation de plusieurs échantillons identiques (destinés aux laboratoires, ou en exécution des termes d'un contrat, etc.)
10. Emballage, vérification de l'étanchéité de la fermeture, apposition des scellés et marquage des échantillons
11. Conservation, entreposage et transport des échantillons
12. Procès-verbal d'échantillonnage, y compris:

Lieu du prélèvement des échantillons
Date du prélèvement des échantillons
Heure du prélèvement des échantillons
Noms et qualifications du ou des préposés à l'échantillonnage et des témoins
Indication de la méthode d'échantillonnage utilisée, ainsi que, le cas échéant, des variantes
Nature et nombre des unités constituant le lot, ainsi que les indications figurant sur celle-ci, ou référence du document contenant ces précisions
Nombre d'échantillons prélevés et leur identification (marquer, et surtout les différents numéros des lots de fabrication constituant la livraison, etc.)
Lieu de destination des échantillons
Description de l'état des emballages et des conditions de l'environnement
Conditions atmosphériques
Toute autre information importante relative à la nature et l'état du lot, ainsi qu'aux conditions lors du prélèvement des échantillons

13. Annexes

par ex. Normes et schémas des appareils, donnés à titre d'exemples
Modèle de procès-verbal
Références bibliographiques
Précautions à prendre
Références aux règlements

Note du Secrétariat: Le présent plan type a été élaboré d'après le document ISO/TC 34/WG 1 (Secrétariat-9)17.

RAPPORT DU PREMIER GROUPE AD HOC SUR L'ECHANTILLONNAGE
DU COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

(amendé par le Comité)

1. Membres du Groupe:

Dr. Agthe (OMS)
Dr. Smith (Canada)
Dr. Young (Royaume-Uni), Président
M. Zaboklicki (Pologne)
M. Zoltán (Hongrie)

2. Mandat du premier Groupe ad hoc

Ce Groupe était chargé de présenter des propositions au Comité du Codex au sujet:

- a) des mesures à prendre à l'avenir au sujet de la "Norme provisoire concernant la technique de prélèvement d'échantillons d'aliments" (document ALINORM 69/23, Annexe VI), et
- b) du mandat, ou du programme de travail du consultant qui, ainsi qu'on l'avait suggéré, devrait être engagé par la FAO pour apporter son aide au Comité et aux autres Comités du Codex lors de l'élaboration de méthodes normalisées appropriées d'échantillonnage et d'acceptation des produits alimentaires.

3. Réunion du Groupe

Le Groupe s'est réuni le mercredi 3 décembre 1969.

3.1 Technique de prélèvement d'échantillons d'aliments

Le Groupe a examiné la Norme provisoire et remarqué que tous les sujets couverts par cette norme se retrouvaient dans le projet de "Guide et plan type pour la rédaction des méthodes d'échantillonnage", document ISO/TC 34/WG 1 (Secrétariat-9) 17, dont le Comité avait dit le plus grand bien. Il a donc jugé inutile de poursuivre l'élaboration de la Norme Codex provisoire en tant que document distinct, si le Comité avait l'intention d'adopter ultérieurement les propositions de l'ISO; et d'utiliser plutôt ce document pour la rédaction des Notes qui, lorsque le Guide sera achevé, devront accompagner le plan type de l'ISO. Le Groupe a appris que le Secrétariat du Groupe de travail CT 34/WG 1 désire organiser une réunion d'un groupe d'experts en février 1970 qui devra envisager les amendements à apporter éventuellement au projet de plan type compte tenu des observations qui pourront être formulées, et entreprendre la préparation des notes dont il est question plus haut; il recommande en outre que le document Codex ALINORM 69/23 Annexe VI soit mis à sa disposition dans les plus brefs délais pour qu'il puisse l'utiliser pour ces travaux.

3.2 Consultant en matière d'échantillonnage

Le Groupe a envisagé quelle serait l'aide qu'un consultant, désigné à cette fin, pourrait fournir pour la mise au point du programme de travail selon les recommandations formulées par le délégué du Canada à l'occasion de la réunion de 1968 du Comité (voir ALINORM 69/26, par. 80(g)), et proposé de charger le consultant en matière d'échantillonnage des tâches suivantes:

- i) consulter, pendant ses travaux, la documentation pertinente consacrée au domaine de l'échantillonnage;
- ii) étudier l'application pratique du plan type proposé par l'ISO pour les méthodes d'échantillonnage, et en tirer un test permettant d'évaluer (vérifier) les actuels documents Codex ou ISO traitant de l'échantillonnage;
- iii) proposer des amendements souhaitables (rédactionnels ou autres) à apporter aux méthodes Codex d'échantillonnage existantes, compte tenu en particulier de l'intention avec laquelle la Commission du Codex Alimentarius désire que soient élaborées les normes Codex: assurer la protection du consommateur et des pratiques loyales sur le marché international, plutôt que contrôler la qualité pendant ou immédiatement après la production (ce qui relève des normes industrielles);
- iv) assister, pendant la durée de son mandat, en qualité d'observateur ou de conseiller, aux réunions (s'il y en a) de l'ISO/TC 34/WG 1 (ou de son groupe d'experts) et à celles des Comités des produits du Codex quand ces derniers étudient des questions touchant l'échantillonnage;
- v) préparer plusieurs plans d'échantillonnage et de procédures d'acceptation et d'échantillonnage, couvrant une série de cas typiques et pouvant servir de modèles aux Comités des produits du Codex lorsqu'ils élaborent leurs propres plans d'échantillonnage et d'acceptation, ces plans devant cependant toujours être spécialement conçus pour l'ensemble de critères considérés. Ces travaux devraient s'inspirer des Notes accompagnant le guide et plan type proposé par l'ISO pour la rédaction des méthodes d'échantillonnage, et de la Déclaration générale sur l'échantillonnage des denrées alimentaires (ALINORM 65/25(1)); ils pourraient également contenir des plans applicables au prélèvement d'échantillons destinés aux contrôles d'hygiène;
- vi) rendre compte des travaux ci-dessus à la sixième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

Le Groupe était d'avis que les candidats à ce poste devraient avoir des connaissances dans le domaine de l'alimentation et de l'agriculture ainsi que des statistiques, avoir acquis de l'expérience dans le domaine de l'échantillonnage, y compris de la mise au point des plans d'échantillonnage et d'acceptation. Ils devraient pouvoir lire et bien comprendre les documents rédigés en français et en anglais, et parler et écrire couramment au moins une de ces deux langues. On a suggéré que le candidat choisi devrait passer une semaine au Siège de la FAO à Rome pour étudier ces questions dès le début

de son entrée en fonction, puis une ou deux semaines auprès d'experts d'autres centres de l'étranger travaillant en collaboration avec le Codex, pour se préparer aux problèmes qu'il devra résoudre. Il peut par la suite être amené à se rendre d'autres fois auprès de ces personnes et à assister à des réunions organisées par l'ISO ou le Codex au cours de son mandat.

3.3 Travaux préparatoires que devrait entreprendre la FAO

En attendant le recrutement du consultant en matière d'échantillonnage, le Groupe a proposé à la FAO d'entreprendre les travaux suivants:

- i) rassembler les documents pertinents qui serviront de documents de référence ou de documents de travail au consultant;
- ii) dresser une liste d'experts, indiqués par les Etats Membres, désireux et capables de recevoir le consultant pour un entretien et de l'aider à se procurer des renseignements utiles sur les conditions locales présentant de l'intérêt pour ses travaux;
- iii) établir une liste de tous les cas, en consultant les présidents des Comités du Codex, dans lesquels un problème d'échantillonnage se pose.

Le Groupe souhaite qu'un consultant entre en fonction le 1er avril 1970, de manière à ce que l'on puisse tirer tout le parti possible de ses travaux avant les réunions de l'ISO et du Codex prévues pour cette année.

RAPPORT DE LA DEUXIEME REUNION DU GROUPE AD HOC SUR
L'ETAT D'AVANCEMENT DES DISPOSITIONS D'ETIQUETAGE DES NORMES CODEX

1. MANDAT DU DEUXIEME GROUPE AD HOC

- 1.1 Examiner dans quelle mesure le plan d'échantillonnage est applicable aux fruits et légumes traités.
- 1.2 Etudier s'il est possible d'élargir le champ d'application du plan d'échantillonnage proposé pour les fruits et légumes traités de manière à ce qu'il couvre certaines denrées traitées préemballées conformément à la recommandation formulée par la Commission à sa sixième session.
- 1.3 Indiquer aux Comités des produits des procédures appropriées à appliquer lorsqu'ils insèrent des plans d'arbitrage en matière d'échantillonnage dans leurs diverses normes intéressant les produits relevant de leur compétence.

2. RAPPORT

- 2.1 Le Groupe a pris connaissance des commentaires des gouvernements au sujet des Plans d'échantillonnage pour les denrées alimentaires préemballées (document ALINORM 69/27 et par. 182 du document ALINORM 69/67) et suggéré, étant donné qu'il s'agit d'un plan d'échantillonnage servant au contrôle de la production, de l'inclure dans les normes en tant que guide pour les fabricants intéressés par le contrôle de la production.
- 2.2 De même, ce Plan d'échantillonnage peut figurer dans d'autres normes intéressant des denrées traitées préemballées pour le contrôle de critères analogues en tant que guide pour le contrôle de la production.
- 2.3 Le Groupe est d'avis que l'on peut utiliser le guide proposé par l'ISO pour la présentation et la rédaction des méthodes d'échantillonnage lors de la mise au point des procédures d'échantillonnage appropriées à insérer dans des normes intéressant des produits. Les Comités doivent en outre déterminer avec précision le motif pour lequel un plan d'échantillonnage est nécessaire et mettre alors au point une procédure appropriées. Le choix de la procédure pourrait se fonder sur les critères suivants:

Nature des variables et
Renseignements concernant l'homogénéité des lots.

Avec ces renseignements, le Comité devrait ensuite prendre une décision définissant jusqu'à quel point on peut tolérer

- 1) une probabilité d'accepter un lot défectueux
- 2) une probabilité de refuser un lot satisfaisant.