



**PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES
COMITÉ DU CODEX SUR LES POISSONS ET LES PRODUITS DE LA PÊCHE**

**Trente-troisième session
Bergen, Norvège
17 – 21 février 2014**

**DOCUMENT DE DISCUSSION SUR LES COEFFICIENTS D'AZOTE À UTILISER POUR LA
MÉTHODE D'ANALYSE CHIMIQUE RECENSÉE DANS LA NORME POUR LES BÂTONNETS,
LES PORTIONS ET LES FILETS DE POISSON SURGELÉS – PANÉS OU ENROBÉS DE PÂTE À
FRIRE (CODEX STAN 166 – 1989)**

Préparé par les États-Unis d'Amérique en coopération avec le Royaume-Uni et la Nouvelle-Zélande

GÉNÉRALITÉS

1. La Norme du Codex pour les bâtonnets, les portions et les filets de poisson surgelés – panés ou enrobés de pâte à frire (CODEX STAN 166-1989) (Norme pour les bâtonnets de poisson) comprend la disposition suivante dans la section sur l'étiquetage :

Outre les dispositions des sections 2, 3, 7 et 8 de la Norme générale pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées (CODEX STAN 1-1985), les dispositions spécifiques ci-après sont applicables:...

6.1.3 La teneur en poisson doit être indiquée sur l'étiquette...

2. La section *Estimation de la teneur en poisson* de la Norme reprend la *Méthode adoptée Codex (Méthode AOAC 996.15)* comme méthode principale, ainsi que deux autres méthodes à utiliser dans des situations particulières, à savoir la *Méthode par analyse chimique (Méthode du coefficient d'azote sur le produit fini)* et la *Méthode rapide utilisée en cours de production*.

3. À l'occasion de la 26^{ème} Session du CCFFP (2003), le *Document de discussion sur la teneur en poisson dans les bâtonnets de poisson (CX/FFP 03/14)*¹ présentait les arguments pour et contre l'utilisation de l'analyse chimique pour déterminer la teneur en poisson. Il a par la suite été convenu d'inclure l'analyse chimique dans la Norme, ainsi que cela figure dans l'Annexe VII du *Rapport de la 26^{ème} Session (ALINORM 04/27/18)*².

4. La méthode de détermination de la teneur en poisson par analyse chimique repose sur la teneur en azote (un marqueur de protéines) dans le produit. Le terme 'coefficient d'azote', tel qu'il est utilisé dans la Norme sur les bâtonnets de poisson, est le pourcentage d'azote en poids attendu dans un ingrédient de poisson donné.

5. Un tableau de coefficients d'azote provisoires pour les poissons blancs a été ajouté dans la Norme (26^{ème} Session du CCFFP) et un coefficient d'azote a été ajouté pour le tilapia à l'occasion de la 31^{ème} Session du CCFFP (2011). À l'occasion de la 32^{ème} Session (2012)³, il a été convenu d'ajouter des

¹ CX/FFP 03/14, Document de discussion sur la teneur en poisson de bâtonnets de poisson

Lien : ftp://ftp.fao.org/codex/meetings/CCFFP/CCFFP26/fp03_14e.pdf

² Rapport de la vingt-sixième session du comité du Codex sur les poissons et les produits de la pêche (13-17 octobre 2003)

Lien : ftp://ftp.fao.org/codex/Reports/Alinorm04/al04_18f.pdf

³ Rapport de la trente-deuxième session du comité du Codex sur les poissons et les produits de la pêche (1^{er}-5 octobre 2012)

Lien : ftp://ftp.fao.org/codex/Reports/Reports_2013/REP13_FFPf.pdf

coefficients d'azote pour la merluche de l'Atlantique Sud (CX/FFP 12/32/9)⁴; il y a toutefois eu désaccord sur les méthodes utilisées pour déterminer les coefficients d'azote et débat sur le besoin de coefficients d'azote différents, ainsi que sur leur efficacité pour déterminer la teneur en poisson. *Après quelques échanges de vues, le Comité est convenu que les États-Unis d'Amérique, le Royaume-Uni et la Nouvelle-Zélande prépareraient un document de travail pour examen à la prochaine session, avec l'assistance d'autres membres et observateurs intéressés. Il a été convenu que ce document de travail aborderait l'utilité des coefficients d'azote et le besoin de réviser, s'il y avait lieu, la liste des coefficients d'azote existants qui figureraient dans le tableau de la Norme.*

6. Les membres du groupe de rédaction ne sont pas parvenus à un accord sur les détails d'un long document de discussion, et le présent document résume donc rapidement les aspects débattus et qui ont conduit aux recommandations concertées soumises pour examen au CCFPP.

DISCUSSION

Procédure du Codex

7. La procédure d'acceptation de nouvelles propositions de 'coefficients d'azote' prend beaucoup de temps car les études sont présentées au CCFPP et débattues sur une ou deux sessions. Une fois accepté, un projet d'amendement est publié dans le Rapport de la réunion et adopté par la Commission du Codex Alimentarius avant que la Norme sur les bâtonnets de poisson ne puisse être amendée et publiée sur le site du Codex. S'il existe des espèces ou des zones de récolte spécifiques à certains pays membres du Codex, ceux-ci ont la possibilité de fournir directement des données pour de nouveaux coefficients d'azote pour examen au CCFPP. Ceci signifie un programme de travail de révision et d'ajout de nouveaux coefficients d'azote à la Norme de long terme pour le CCFPP. Si les études étaient réalisées de manière uniforme et étaient déjà publiées dans un journal scientifique à comité de lecture, ce débat pourrait être plus court, voire même omis.

Utilisation de méthodes

Relation entre les méthodes :

8. Il est entendu que la méthode gravimétrique AOAC et la méthode d'analyse chimique de l'azote mesurent des choses différentes (teneur en poisson de la partie centrale vs. teneur en azote) et qu'elles ont des finalités différentes, ce qui justifie de les faire figurer toutes deux dans la Norme. Le poisson comme ingrédient (de la partie centrale) est estimé en fonction du poids par la méthode gravimétrique. La méthode d'analyse de l'azote est utilisée quand il y a lieu de douter de la composition de la partie centrale (c'est-à-dire qu'il pourrait ne pas y avoir 100 pour cent de poisson).

9. À l'occasion de la 31^{ème} Session du CCFPP (2011), le libellé de la Section 7.4 de la Norme a été modifié, *afin de mieux préciser quand utiliser les différentes méthodes*. Il n'y a pas eu de débat ou d'intention de revenir sur la relation convenue entre les méthodes qu'indique le libellé d'origine de la 26^{ème} Session (2003) et avalisé par le CCMAS et le CCFL:

Estimation de la teneur en poisson

Selon la méthode AOAC 966.15. S'il reste des doutes sur la composition de la partie centrale, la méthode d'analyse ci-après pourrait être utilisée, comme méthode de référence...

Contrôle de la teneur en poisson par analyse chimique...

10. Toutefois, la révision décidée par la 31^{ème} Session ajoute de l'ambiguïté sur l'utilisation de la méthode, et il convient de procéder à une révision supplémentaire ou de revenir au libellé antérieur convenu.

Variation naturelle de la teneur en azote du poisson :

11. Les teneurs naturelles en protéines (et en azote) dans la chair de poisson varient en fonction de facteurs tels que la saison, le lieu de la prise, la taille, les cycles de frai et l'alimentation; et dans le cas de poissons d'élevage, en fonction des conditions d'aquaculture. Les coefficients d'azote de la Norme admettent une tolérance de +/- 10% pour les variations naturelles de la teneur d'azote ; il a toutefois été

⁴ Avant-projet d'amendement de la norme pour les bâtonnets de poisson surgelés (coefficient d'azote pour la merluche de l'Atlantique Sud)

Lien : ftp://ftp.fao.org/codex/meetings/ccffp/ccffp32/fp32_09f.pdf

constaté que cette tolérance ne couvre pas correctement toutes les variations naturelles observées, et il a été suggéré que la tolérance devrait reposer sur une base statistique et devrait couvrir deux écarts-types de l'échantillon autour de la moyenne (environ 95 pour cent de la distribution attendue).

12. Il a également été suggéré que la Norme devrait indiquer que tout résultat suspect issu de la méthode d'analyse chimique devrait entraîner une vérification à l'usine de la teneur de poisson sur la base de la recette. Il a été constaté que c'est ainsi que la méthode d'analyse chimique est actuellement utilisée dans la pratique.

Coefficients d'ajustement de la méthode AOAC:

13. La 23^{ème} Session du CCFFP est convenue d'ajouter des coefficients d'ajustement pour la Méthode officielle AOAC (ALINORM 99/18, paragraphe 13) :

13. Le Comité est convenu d'inclure dans la norme une référence à la méthode AOAC 996.15 avec un coefficient d'ajustement de 2 pour cent pour les produits crus panés et les produits enrobés de pâte à frire; 4 pour cent pour les produits pré-cuits, sous réserve d'approbation par le CCMAS.

14. Ces facteurs compensent la migration d'eau de la partie centrale vers la panure et devraient être ajoutés avec la méthode AOAC recensée dans la Norme.

Méthode de détermination des coefficients d'azote

15. Il est convenu que la perte ou l'ajout d'eau pendant la transformation a un effet significatif sur les teneurs d'azote. Il y a toutefois différents points de vue quant à la détermination de coefficients d'azote à partir de filets frais secs, ou à partir de blocs de filets et de haché transformés. Selon un point de vue, le coefficient d'azote d'un 'ingrédient de poisson' devrait reconnaître l'utilisation d'eau nécessaire pour préparer le poisson et les produits de la mer de manière hygiénique, et donc l'absorption inévitable d'une certaine quantité de l'eau utilisée. L'autre point de vue est que, le poisson préparé ayant absorbé une quantité d'eau inévitable ne devrait pas être reconnu comme un 'ingrédient de poisson', mais comme un 'ingrédient de poisson' et un 'ingrédient d'eau' et que le coefficient d'azote devrait être établi sur la base de poisson sec afin de déterminer plus précisément la quantité totale de 'l'ingrédient d'eau'.

16. L'utilisation des coefficients d'azote établis à partir de poisson transformé est appropriée pour distinguer l'eau ajoutée au-delà de ce qui est inévitable pendant la transformation selon les BPF. Les coefficients d'azote établis à partir de filets frais non transformés n'ayant pas été exposés à de l'eau ou de la glace sont appropriés pour estimer l'ajout total en eau.

17. La version actuelle de la Norme pour les bâtonnets de poisson recense certains coefficients d'azote établis à partir de filets frais avec une réduction de ~8% pour compenser les pertes en cours de transformation, et d'autres coefficients d'azote établis directement à partir de blocs de poisson transformés qui ont été mis sous glace et lavés selon de bonnes pratiques de fabrication. Nous recommandons également le recensement de coefficients d'azote établis à partir de filets frais secs. La méthode de détermination de coefficients d'azote 'secs' est plus aisément normalisée car elle exclut les variations entre les transformations humides dans différents endroits.

18. Les études des différents coefficients d'azote existants ont examiné chaque espèce séparément, néanmoins les fourchettes de valeurs pour différentes espèces se recoupent considérablement. Ce recoupement mène à la question de savoir s'il serait possible de réduire le nombre de coefficients d'azote, ou le nombre de nouveaux coefficients, s'il n'y a pas de différence statistique entre les coefficients d'azote individuels.

19. La collecte d'échantillons destinée à déterminer un coefficient d'azote devrait prendre en compte les variations naturelles évoquées dans la section sur les variations naturelles de la teneur en azote dans les poissons (supra), ainsi que les variations découlant de la manipulation et de la transformation pour les coefficients d'azote établis à partir de produits transformés.

RECOMMANDATIONS

Procédure du Codex :

20. Afin de faire un meilleur usage du temps disponible pendant les sessions du CCFFP, le Groupe de rédaction propose de maintenir le principe de la méthode d'analyse chimique (méthode pour le coefficient d'azote) dans la Norme, mais de supprimer le tableau des coefficients d'azote de la Norme et de le remplacer par une référence à une source de référencement externe. La source de référence externe contiendrait un

tableau publié et mis à jour de coefficients d'azote. Les coefficients d'azote découleraient d'études publiées dans des journaux à comité de lecture, et réalisées selon une procédure uniforme appropriée. Le tableau comprendrait les espèces, les zones de récolte et les dates, le type de coefficient d'azote (par exemple sec, filet, bloc de haché), le type d'échantillon (par exemple un filet, bloc de 250 g), le nombre d'échantillons, l'écart-type et le référencement de l'étude. Parmi ces sources de référencement externe, on pourrait compter:

1. La note technique sur les coefficients d'azote (*Technical Brief on Nitrogen Factors*) de la 'Royal Society of Chemistry-Analytical Methods Committee' au Royaume-Uni. Accessible au grand public à l'adresse suivante :

(<http://www.rsc.org/Membership/Networking/InterestGroups/Analytical/AMC/TechnicalBriefs.asp>)

2. Le site FAO/OMS, si ces organisations sont en mesure de garder ce genre d'informations.

Utilisation de méthodes

21. Le Groupe de rédaction recommande que l'utilisation de méthodes soit encore mieux précisée dans la Norme. L'annexe A comprend l'avant-projet de révision de la Section 7.4 pour examen par le Comité.

22. Au lieu de la tolérance de +/- 10% figurant actuellement dans le Tableau des coefficients d'azote, il est recommandé que les utilisateurs prennent en compte l'incertitude de chaque coefficient d'azote à partir des données statistiques fournies avec les coefficients d'azote publiés (c'est-à-dire deux écarts-types de l'échantillon autour de la moyenne).

23. Il est recommandé d'inclure les coefficients d'ajustement convenus pour la migration de l'eau dans la Norme avec la méthode AOAC ; ceux-ci sont inclus dans l'avant-projet d'amendement (Annexe A).

Méthode de détermination des coefficients d'azote

24. Le Groupe de rédaction recommande que la procédure appropriée servant à déterminer les coefficients d'azote à utiliser dans la Norme pour les bâtonnets de poisson soit documentée pour usage par le CCFFP ou des tiers. L'Annexe B comprend un premier avant-projet de procédure uniforme de détermination de coefficients d'azote

25. Nous recommandons que des coefficients d'azote 'secs', déterminés à partir de filets de poissons fraîchement pêchés, non exposés à de la glace ou de l'eau douce et manipulés de manière à minimiser les pertes en eau, soient ajoutés aux coefficients d'azote pour le poisson transformé, et nous recommandons que les coefficients d'azote 'secs' (non transformé) et les coefficients d'azote 'mouillés' (transformé) soient clairement distingués dans les tableaux de coefficients d'azote.

Travaux futurs envisageables

26. Le CCFFP peut envisager de lancer de nouveaux travaux, afin:

1. De préciser le Projet de procédure uniforme pour déterminer les coefficients d'azote
2. D'organiser la présentation pour la publication de la liste de coefficients d'azote
3. D'analyser les données actuelles sur les coefficients d'azote pour déterminer les écarts-types de l'échantillon et d'autres informations pertinentes statistiques.
4. D'analyser la validité statistique d'un coefficient d'azote 'sec' unique pour des groupes d'espèce (par exemple le poisson blanc).

Annexe A – Proposition de révision de la Norme sur les bâtonnets de poisson (Section 7.4)**7.4 ESTIMATION DE LA TENEUR EN POISSON**Méthode adoptée Codex**Méthode AOAC 996.15. (Méthode du produit fini)**

Calcul :

$$\% \text{ Teneur en poisson} = (Wd/Wb) \times 100 + \text{Coefficient d'ajustement}^*$$

Wd = poids de l'unité à analyser après élimination de la panure ou de l'enrobage

Wb = poids d'unités à analyser enrobés et/ou panés

*Poisson et produits de la pêche crus panés surgelés : 2%

*Poisson et produits de la pêche surgelés enrobés de pâte à frire: 2%

*Poisson et produits de la pêche enrobés de pâte à frire surgelés précuits : 4%

Références : J. AOAC Int. 80, 1235(1997)

Autres méthodes**(1) Méthode par analyse chimique (Méthode du coefficient d'azote sur le produit fini)**

Appropriée pour les cas où il y a lieu de douter de la composition de la partie centrale (c'est-à-dire qu'elle semble contenir des ingrédients ne provenant pas de poisson). Cette méthode nécessite confirmation par la Méthode adoptée Codex, ou par la Méthode #2 (Méthode rapide utilisée en cours de production) conjointement avec une enquête dans l'usine de transformation pour déterminer la conformité de produits avec les dispositions d'étiquetage de la présente Norme. Cette méthode devrait entraîner une enquête en usine (par exemple contrôles des ingrédients bruts de la recette) en cas d'identification de produits suspects.

La teneur en poisson exprimée en pourcentage, corrigée pour tenir compte de l'azote ne provenant pas de la chair de poisson et apporté par l'enrobage riche en glucides, se calcule de la manière suivante :

$$\% \text{ de poisson} = \frac{(\% \text{ total d'azote} - \% \text{ d'azote ne provenant pas de chair de poisson}) \times 100}{\text{Coefficient d'azote}^*}$$

* Coefficient N (d'azote) approprié pour l'espèce de poisson servant d'ingrédient.

L'azote ne provenant pas de la chair de poisson est calculé comme suit:

$$\% \text{ d'azote ne provenant pas de chair de poisson} = \% \text{ de glucides} \times 0,02$$

Où les glucides sont calculés par différence:

$$\% \text{ de glucides} = 100 - (\% \text{ d'eau} + \% \text{ de lipides} + \% \text{ de protéines} + \% \text{ de cendres})$$

Références :

Détermination de la teneur en azote : ISO 937:1978

Détermination de l'humidité : ISO 1442:1997

Détermination de la teneur en matière grasse totale : ISO 1443:1973

Détermination des cendres : ISO 936:1978

[Les coefficients d'azote moyens à utiliser pour la chair de poisson d'espèces spécifiques de poisson qui servent de matière première pour le produit se trouvent sur le site suivant :

UK Royal Society of Chemistry – Analytical Methods Committee Technical Brief. Lien électronique :

<http://www.rsc.org/Membership/Networking/InterestGroups/Analytical/AMC/TechnicalBriefs.asp>

ou

FAO/OMS. Lien électronique :]

L'incertitude de chaque coefficient d'azote devrait être prise en compte à partir des données statistiques fournies avec les coefficients d'azote publiés (c'est-à-dire deux écarts-types de l'échantillon autour de la moyenne).

(2) Détermination de la teneur en poisson en cours de production

La teneur en poisson d'un bâtonnet de poisson est calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$\% \text{ Teneur en poisson} = \frac{\text{Poids du poisson utilisé}}{\text{Poids du produit final}} \times 100$$

Pour la plupart des produits, le poids de l'ingrédient de poisson est donc celui de l'ingrédient cru. Tout chiffre placé ou déclaré sur l'étiquette d'un produit indique une quantité habituelle compte tenu des variations normales de fabrication du producteur, en conformité avec les bonnes pratiques de fabrication.

Annexe B – Projet de procédure uniforme de détermination de coefficients d'azote à utiliser avec la méthode d'analyse chimique figurant dans la Norme pour les bâtonnets de poisson (à développer)

Les coefficients d'azote peuvent être déterminés à partir de poisson non transformé et / ou à partir de poisson transformé produit selon les BPH / BPF selon l'utilisation prévue du coefficient d'azote. Les teneurs d'azote naturelles dans le poisson de mer frais et le poisson d'élevage peuvent être très différentes (écart-type important) à cause de facteurs environnementaux. Les variations naturelles de la teneur en azote et les variations dues aux méthodes de transformation devraient être prises en compte au moment d'apprécier si une enquête approfondie est nécessaire.

On effectue des analyses en double des échantillons de poisson pour identifier l'azote, les matières grasses, l'humidité et la cendre, généralement en utilisant un matériel de référence pour chaque lot d'échantillons. Dans la mesure du possible, on utilise plus d'un laboratoire et les échantillons sont randomisés pour prévenir tout biais. Les données brutes de tous les échantillons devraient être disponibles pour permettre de vérifier la valeur moyenne pour l'azote ainsi que l'écart-type et l'écart-type sur échantillon.

Dans la plupart des laboratoires d'Europe, la méthode utilisée de nos jours est la détermination rapide de l'azote de Dumas, alors que la méthode utilisée précédemment était celle de Kjeldahl. Certains laboratoires utilisent encore la méthode Kjeldahl. Il y a une différence entre les deux méthodes car la méthode Dumas mesure l'azote non protéinique ainsi que l'azote protéinique et donne donc des résultats plus élevés que la méthode Kjeldahl⁵. La méthode Dumas est 1,014 fois supérieure.

⁵ M. Thompson, L. Owen, K. Wilkinson, R. Wood and A. Damant, A Comparison of the Kjeldahl and Dumas Methods for the Determination of Protein in Foods, using Data from a Proficiency Testing Scheme, Analyst, 2002, 127, 1666–1668.