

Commission du codex alimentarius

ORGANISATION DES NATIONS UNIES
POUR L'ALIMENTATION ET
L'AGRICULTURE

ORGANISATION MONDIALE
DE LA SANTE

BUREAU CONJOINT: Via delle Terme di Caracalla 00100 ROME Tel.: 57051 Telex: 625825-625853 FAO I E-mail: Codex@fao.org Facsimile: +39(06)5705.4593

Point 7 de l'ordre du jour

CX/PFV 00/7 Add.1

Août 2000

F

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMITE DU CODEX SUR LES FRUITS ET LES LEGUMES TRANSFORMES

Vingtième Session

Washington D.C., USA, du 11 au 15 septembre 2000

MÉTHODES D'ANALYSE DES FRUITS ET LÉGUMES TRANSFORMÉS

Observations soumises par l'Argentine, le Canada, la France, l'Espagne, les Etats-Unis et le Conseil Oléicole international

ARGENTINE

Après avoir lu attentivement le document de référence, nous estimons que l'unité « % m/m » utilisée pour calculer la tolérance relative au niveau d'arsenic dans le chutney (sauce – condiment) ne convient pas et qu'elle doit être remplacée par « mg/kg » (voir Annexe II, page 8). Cette unité est basée sur les niveaux tolérés de métaux lourds indiqués dans l'article 156 du Code alimentaire de l'Argentine. Les niveaux d'arsenic tolérés varient selon le mode de présentation du produit : 0.1 mg/kg pour les liquides et 1 mg/kg pour les solides.

En ce qui nous concerne, le niveau de 0.5 % m/m mentionné en annexe équivaut à 5 000 mg/kg, ce qui est beaucoup trop élevé.

À part cela, nous n'avons pas d'autres observations à soumettre.

CANADA

Annexe 1 : Renseignements supplémentaires

Observation d'ordre général :

Le Canada prend pour acquis que les méthodes ISO et AOAC sont équivalentes. Le Canada propose que ces méthodes soient avalisées par le CCMAS à titre de méthodes de type 1 ou 2, avant d'être adoptées.

3. Acide lactique dans les champignons comestibles et produits dérivés :

Le Canada propose que la méthode enzymatique IFU N 53 de détermination de l'acide lactique dans le jus soit incluse.

6. Calcium dans les fruits et légumes transformés :

Le Canada propose qu'une méthode par absorption atomique soit sélectionnée pour la détermination du niveau de calcium. La méthode IFU N 33 serait probablement appropriée.

7. Solides totaux (degrés Brix) des fruits et légumes transformés :

Parmi les deux méthodes AOAC identifiées, une seule peut correspondre à une méthode de type 1 ou de type 2. La deuxième doit être de type 3. Le Canada prend donc pour acquis que le Comité souhaite que la première méthode citée soit avalisée par le CCMAS à titre de méthode de type 1 ou 2.

8. Sulfite dans les fruits et légumes transformés :

Selon le Canada, la méthode AOAC identifiée est erronée. La méthode recommandée devrait être AOAC 990.28, soit la méthode Monier-Williams optimisée pour les sulfites.

Méthode N : Détermination du remplissage minimal (volume) (par déplacement) (Cornichons (concombres) en conserve)

Les indications concernant la Méthode N prêtent à confusion. Les volumes V_1 et V_2 doivent être clairement définis. En outre, l'unité de mesure volumique « mL » doit être utilisée puisque cette méthode réfère à la méthode E dont l'unité de mesure est « mL ». En ce qui concerne la méthode 3, l'équation devrait se lire comme suit :

$$\text{Pourcentage volumique de cornichons} = V_2 / V_1 \times 100$$

Méthodes d'échantillonnage :

Le CCMAS a terminé la rédaction de son document relatif à l'échantillonnage. Le Canada propose qu'il soit substitué à la référence ISO.

Annexe II : Méthodes d'analyse et d'échantillonnage pour les fruits et les légumes transformés

Selon le Canada, la méthode AOAC identifiée pour les sulfites est erronée. La méthode recommandée devrait être AOAC 990.28, soit la méthode Monier-Williams optimisée.

Le Canada recommande qu'une méthode par absorption atomique soit incorporée pour la détermination de l'arsenic dans les cornichons en conserve, soit la norme AOAC 986.15.

Outre la méthode de chromatographie liquide IFU N 63 utilisée pour la détermination de l'acide benzoïque dans les cornichons, le Canada recommande également la méthode de chromatographie liquide AOAC 994.11.

Selon le Canada, la méthode AOAC identifiée pour la détermination de l'acide benzoïque dans les cornichons est erronée. En effet, la méthode AOAC 990.28 est utilisée pour la détermination de sulfites et non de l'acide benzoïque.

Le Canada recommande aussi l'inclusion de la méthode d'absorption atomique AOAC 986.15 pour déterminer le niveau de plomb dans les cornichons en conserve.

Nous recommandons l'élimination de la méthode AOAC 939.10, sélectionnée pour la détermination du sel dans les cornichons en conserve, celle-ci ayant été abandonnée par l'AOAC.

Nous recommandons l'élimination de la méthode AOAC 989.19, sélectionnée pour la détermination de l'étain dans les cornichons en conserve, celle-ci ayant été abandonnée par l'AOAC. En guise de remplacement, nous recommandons l'adoption d'une méthode par absorption atomique.

Annexe 1 : Méthodes d'analyse recommandées précédemment à titre de CAC/RM ou décrites dans les normes.

A. Détermination du poids égoutté – Méthode II

La détermination du poids du récipient rempli ainsi que celle du récipient sec et vide ont été éliminées de la section A. Le Canada suggère qu'elles soient incorporées aux instructions jusqu'à ce que le Comité ait rédigé un libellé approprié concernant le mode opératoire approprié.

Le Canada propose que cette méthode englobe des équipements tels que plats ou récipients suffisamment grands pour contenir le tamis et recueillir le liquide égoutté. Cette méthode doit aussi comporter les instructions concernant la détermination du poids du liquide ainsi recueilli.

Le Canada recommande la normalisation des dimensions des tamis en fonction d'un diamètre d'une épaisseur de 0.054 pouces.

C. Détermination du poids égoutté lavé

1. Définition

La substance utilisée pour déterminer le poids égoutté du produit n'est pas clairement définie. Le libellé devrait être le suivant : « Par poids égoutté lavé des produits mélangés aux liquides visqueux tels que jus de viande, sauces et sirops, on entend le pourcentage m/m de contenu solide restant après lavage à l'eau chaude, déterminé selon la méthode ci-après. »

3. Mode opératoire

Le Canada recommande que le terme « boîte » utilisé pour décrire le mode opératoire soit remplacée par « récipient ».

Annexe II – Méthodes d'échantillonnage

Les plans d'échantillonnage développés à ce jour par le CCMAS devrait être utilisés.

FRANCE

Le document présenté appelle d'abord deux observations générales. Les méthodes d'analyses établies pour déterminer la conformité des produits aux normes CODEX doivent correspondre dans la mesure du possible aux méthodes de l'ISO ou à des méthodes équivalentes. D'autre part, les méthodes retenues doivent être applicables à un maximum de produits.

ANNEX I – Informations complémentaires

2 – **Étain dans le chutney** : la méthode ISO 2247/1974 n'est plus référencée. La méthode AOAC 986.15 est remplacée par la méthode 986.16 de 12997 (dosage de l'étain dans les conserves par absorption atomique).

3 – **Acide lactique dans les champignons comestibles et les produits dérivés**. La méthode enzymatique doit être retenue, mais elle n'est pas référencée à l'ISO.

4 – **Quantité totale de cendres dans le chutney**. La méthode ISO 5516:1978 est équivalente à la méthode AOAC 940.26.

6 – **Calcium dans les fruits et légumes transformés**. La méthode AOAC 963.31 est une méthode par titrimétrie qui doit être proscrite. Il n'existe pas de méthode ISO équivalente. Il est préférable d'utiliser la méthode par absorption atomique.

Il est préférable d'utiliser la méthode par absorption atomique qui est plus sensible que la méthode par complexométrie.

8 – Sulfite dans les fruits et légumes transformés

Il y a une erreur dans la version française, remplacer « sulfate » par « sulfite ».

9 – **Chlorure de sodium dans les fruits et légumes transformés.** La méthode ISO 3634 :1979 n'est pas équivalente à la méthode AOAC 971.26. La méthode ISO n'utilise pas la détection potentiométrique pour la détection de fin de dosage.

* * *

METHODE A : Détermination du poids égoutté – Méthode II –(cf annexe I)

2.2 : il convient de remplacer « 1,5 kg » par « 1 kg » compte tenu de la modification apportée au point 2.1.

2.3 : les mailles du tamis sont trop larges ; il serait préférable de retenir « un tamis plat à mailles carrées de 2,5 mm (épaisseur du fil 0,85 mm selon la norme ISO 3310/1) » ;

3 : modification : Débuter le paragraphe par : « Peser le récipient avant ouverture (Pb) ».

Ajouter après « dont la tare est connue » : « Pe1 ».

Pour une meilleure compréhension il conviendrait de remplacer la phrase : « Après les 2 minutes d'égouttage... poids du tamis », par : « Après les 2 minutes d'égouttage peser le tamis avec son contenu (Pe2). La masse nette égouttée est égale à (Pe2 – Pe1) ».

METHODE B : Evaluation des fils durs (cf annexe I)

La méthode française est libellée comme suit :

DETERMINATION DU POURCENTAGE DE HARICOTS FILANDREUX

- MODE OPERATOIRE :

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

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

Briser par le milieu chaque haricot entre deux doigts.

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

Peser les haricots filandreux à 0,1 g près.

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

METHODE C : Détermination du poids égoutté lavé :

Les spécifications relatives aux tamis circulaires de la méthode A devraient être reprises ici.

Pour le mode opératoire, seul devrait être rajouté le lavage du contenu du tamis à l'eau courante froide, puis à l'eau courante chaude.

Les autres dispositions du mode opératoire de la méthode A devraient être reprises.

3-4 : remplacer « champignons » par « le produit ».

MEHTODE H : Détermination des huiles minérales dans les raisins secs

La mise en œuvre de cette méthode pose des difficultés pour les utilisateurs. Ainsi, l'utilisation de chloroforme doit être évitée, car ce solvant est toxique ; il serait nécessaire de proposer un autre solvant d'extraction.

4.3 : la quantité de chloroforme prévue (200 ml) semble excessive.

4.8 : l'évaporation de 50 ml de chloroforme sur un bain marie pouvait être évitée en raison de la toxicité de cette substance ; il conviendrait d'adopter une autre procédure. L'opération devrait de toute façon être menée sous hotte.

8.2 : le CS₂ est une substance très toxique.

METHODE M : Détermination des fruits brisés, en morceaux, sales, moisis, endommagés et immatures.

Dans la version anglaise, il est précisé que cette détermination concerne les abricots secs, en fait elle concerne tous les fruits secs, voire même les produits en conserve, étant donné qu'il s'agit seulement de déterminer un pourcentage en faisant le rapport entre la proportion d'unités défectueuses (m/m) et le poids total de l'échantillon, x 100.

METHODE N : Détermination du remplissage minimal (volume) pour les cornichons et concombre en conserve :

Cette méthode a pour objectif de déterminer le volume en % occupé par les cornichons dans le récipient. On peut s'interroger sur l'intérêt de cette méthode ; en effet, il n'y a pas de raison de prévoir un mode de remplissage spécifique pour les cornichons. Ces produits devraient être soumis à la règle générale, à savoir, un poids égoutté minimal de produit exprimé en pourcentage calculé sur la base du poids d'eau distillée, à 20°C, que contient le récipient une fois complètement rempli et fermé.

Méthodes d'échantillonnage :

Le CCMAS réuni en 1998 à Budapest a prévu de faire des propositions (projet prévu pour mars 2001) comprenant un document général sur l'échantillonnage et des plans d'échantillonnage différents suivant qu'il s'agit des aspects relatifs à la santé ou aux défauts des produits.

Chaque comité devra ensuite faire son choix entre les méthodes proposées.

MEXIQUE

Annexe I. Renseignements supplémentaires.

- a) En ce qui a trait aux Méthodes d'analyse des fruits et légumes transformés soumises par ce Comité et examinées dans le présent document, elles sont des plus pertinentes et inclusives.
- b) Ces méthodes, proposées par l'AOAC (Association des chimistes analystes officiels) et l'ISO, sont utilisées dans l'ensemble de l'industrie et des établissements.
- c) En ce qui concerne la mise à jour des versions précédentes des méthodes AOAC et des normes ISO, nous appuyons cette proposition.
- d) La modification de la taille de l'échantillon : nous acceptons la proposition.
- e) Erreurs au niveau des unités ou de l'emplacement de la virgule décimale : nous acceptons la proposition.

Annexe II. Méthodes d'analyse des fruits et légumes transformés.

La Norme examinée ainsi que les modifications proposées pour la méthode, l'origine, le processus, l'équipement et les notes y sont indiquées.

Un document qui offre une vue d'ensemble plus globale du travail effectué par les groupes d'experts.

Annexe 1. Méthodes d'analyse recommandées précédemment à titre de CAC/RM ou décrites dans les normes.

Les méthodes d'analyses définies pour les produits horticoles.

Nous appuyons ces propositions.

ESPAGNE

Annexe I

Renseignements supplémentaires

L'article 8, « Sulfite dans les fruits et légumes transformés » se réfère à la méthode AOAC 990.26 utilisée pour déterminer l'hydroxyproline. La méthode de détermination du sulfite est AOAC 990.28.

Méthode H: « Détermination de l'huile minérale dans les raisins secs »

Dans la section 2, « Appareillage », nous jugeons essentielle l'inclusion de l'évaporateur rotatif pour favoriser l'élimination du solvant à titre d'alternative au bain-marie bouillant.

Méthode N, « Détermination du remplissage minimal (volume) (par déplacement) »

À la 10^e ligne de la Méthode 1, le type de treillis devrait être exprimé en fonction de mailles par centimètre et non par pouce.

Annexe II

Méthodes d'analyse des fruits et légumes transformés

- *Norme des champignons comestibles séchés, « teneur en eau »*

Nous proposons la méthode AOAC 967.19 de détermination de la teneur en eau des produits végétaux séchés.

- *Norme des champignons comestibles et produits dérivés, « teneur en eau »*

Nous proposons la méthode AOAC 967.19 de détermination de la teneur en eau des produits végétaux séchés.

ETATS-UNIS

Les États-Unis reconnaissent l'importance et les avantages de disposer de méthodes appropriées pour effectuer les analyses requises par les différentes normes Codex sur les fruits et légumes transformés. Nous reconnaissons également l'existence d'organisations internationales et autres organismes chargés de développer, d'homologuer ou d'utiliser diverses méthodes d'analyse. Parmi ces organisations, notons l'AOAC Internationale, l'Organisation internationale de normalisation (ISO), les gouvernements nationaux, etc. Nous estimons qu'il convient de tenir compte de méthodes multiples lorsque celles-ci sont comparables, c'est-à-dire lorsqu'elles produisent des résultats équivalents. Outre certains avantages sur le plan économique, cette approche offre une flexibilité accrue.

Qui plus est, certaines méthodes d'analyse peuvent être hors de portée pour plusieurs utilisateurs potentiels des normes Codex. En conséquence, le CCPFV aurait tout avantage à considérer de multiples méthodes pour s'assurer que tous les utilisateurs ont accès à des méthodes d'analyse.

Étant donné que les méthodes AOAC sont largement reconnues, l'inclusion de méthodes et de procédures appropriées provenant des Méthodes officielles d'analyse de l'AOAC Internationale est recommandée.

Dans plusieurs cas, aucune justification ou renseignement n'accompagne les recommandations soumises dans l'Annexe I pour expliquer les motifs des modifications proposées. Tout renseignement à ce sujet serait très utile.

Observations détaillées concernant les Annexes I et II

2. Étain dans le chutney :
- Le remplacement de la méthode AOAC 980.19 par AOAC 985.16 est justifié puisque cette dernière est une méthode non employée.
 - Il y a une erreur de typographie concernant la deuxième inscription : AOAC 986.15 devrait se lire AOAC 985.16.

8. Sulfites dans les fruits et légumes transformés :

Les Annexes I et II proposent la méthode AOAC 990.26 « Hydroxyproline dans les viandes et produits à base de viande » comme méthode de détermination des sulfites. Il semblerait qu'il y ait une erreur typographique puisque la méthode AOAC pour les « Sulfites dans les denrées alimentaires » est la méthode 990.28.

Marinades (acide benzoïque)

La méthode AOAC 990.28 « Sulfites dans les denrées alimentaires » est proposée dans l'Annexe II pour la détermination de l'acide benzoïque dans les marinades. Les motifs de ce choix ne sont pas clairement définis.

Marinades (arsenic)

La méthode AOAC 925.13, une méthode non employée, est recommandée dans l'Annexe II. Les motifs de ce choix ne sont pas clairement définis.

Observations détaillées concernant les méthodes d'analyse A à Q

Ces observations visent les recommandations et le texte contenus dans l'Annexe I.

Méthode A : Détermination du poids égoutté – Méthode II

- Il serait souhaitable que le titre indique clairement que cette méthode est utilisée pour les tomates en conserve.
- Le point de démarcation fixé par les pratiques américaines entre les différentes tailles de tamis est de 3 livres. Le texte de l'Annexe I précise un poids de 2 livres sans toutefois justifier cette modification. En conséquence, nous recommandons que le poids de démarcation de 3 livres soit rétabli, conformément au texte original. (Note : Si le poids de 2 livres prévaut, le poids « 1.5 kg (3 lb) » indiqué à la section 2.2. de la méthode devra être remplacé par « 1kg (2 lb) » pour respecter la modification proposée à la section 2.1.).
- Il serait utile d'inclure une formule pour calculer le pourcentage du poids égoutté.

Méthode B : Évaluation des fils durs

- Selon les renseignements contenus dans l'Annexe I, la Méthode B actuelle devrait être remplacée par la « méthode française ». Avant de répondre à cette proposition, le CCPFV aurait avantage à rendre le texte de la méthode française accessible. D'ici là, nous suggérons que la Méthode B actuelle soit maintenue, à moins que la méthode française soit identique ou quasi identique à la Méthode B. Sinon, il pourrait s'avérer utile de tenir compte des deux méthodes si celles-ci produisent des résultats équivalents. Quant au remplacement de la Méthode B par la méthode française, nous soulignons qu'aucune justification n'accompagne cette recommandation.

Méthode C : Détermination du poids égoutté lavé

- Il serait souhaitable que le titre indique clairement que cette méthode est utilisée pour les champignons en conserve dans une sauce visqueuse.
- Nous tenons à souligner que le texte de la section 2.1, Méthode C, Annexe 1 ne fait aucune allusion à la recommandation de l'Annexe 1, Méthode C, article 2, concernant les ouvertures du tamis. Il faut remédier à cette lacune.

Méthode D : Détermination du remplissage adéquat pouvant remplacer la détermination du poids égoutté

- L'Annexe I recommande que cette méthode soit éliminée sans toutefois offrir de motifs. Compte tenu de son utilisation au sein du commerce, cette méthode devrait être maintenue.
- Il serait souhaitable que le titre indique clairement que cette méthode est utilisée pour les petits pois en conserve.

Méthode E : Détermination de la capacité en eau des récipients

- L'Annexe I recommande que cette procédure soit applicable uniquement aux récipients de verre et propose la méthode ISO 90-1 pour les récipients métalliques. Il serait souhaitable que le CCPFV ait en main le texte de la méthode ISO 90-1 pour être en mesure de comparer les méthodes et d'évaluer la modification proposée. Si le CCPFV choisissait d'appliquer cette méthode uniquement aux récipients de verre, toute référence aux récipients métalliques devrait alors être supprimée. Sinon, il pourrait être avantageux de maintenir l'utilisation de la Méthode E pour les récipients métalliques et ceux de verre tout en reconnaissant le bien-fondé de la méthode ISO 90-1 pour les récipients métalliques.

Méthode G : Détermination des impuretés minérales (sable) dans les raisins secs

- Nous proposons les corrections typographiques suivantes pour le texte anglais de l'Annexe I, Méthode G : remplacer «*on*» par «*of*» dans la dernière phrase du premier paragraphe et «*It*» par «*At*» dans la première phrase du paragraphe 4.9.
- Les pratiques employées aux États-Unis comportent une méthode similaire mais non identique. En conséquence, nous recommandons que le CCPFV autorise l'utilisation de méthodes alternatives qui offrent des résultats équivalents.

Méthode N : Détermination du remplissage minimal (volume) (par déplacement) (cornichons (concombres) en conserve)

- Nous recommandons l'ajout de «*x100*» à la formule de la Méthode 3.

Observations détaillées concernant les Méthodes d'échantillonnage A à G

Ces observations visent les recommandations soumises dans l'Annexe I et le texte présenté dans l'Annexe II.

Selon le texte de l'Annexe I, le CCPFV devrait envisager de demander au Comité Codex des méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) d'étudier l'adoption de la méthode ISO 2859-1:1989 à titre de méthode d'échantillonnage. Toutefois, aucune justification n'accompagne cette recommandation.

Méthode A : Cocktail de fruits en conserve

- Nous recommandons que les analyses soient effectuées sur le contenu total des récipients, peu importe la taille de ces derniers, provenant aussi bien du commerce de détail que du secteur des services de l'alimentation. Ceci permettrait d'assurer la représentativité de l'échantillonnage.

COI

En ce qui concerne les méthodes Applicables aux olives de table (soit la Méthode J de détermination de l'acidité et la Méthode K de détermination du pH), je sous saurai gré de bien vouloir prendre en considération la proposition soumise au Secrétariat du Codex Alimentarius par le Conseil oléicole international (COI), visant à convoquer une réunion mixte COI/Codex pour élaborer un Avant-projet de norme Codex révisée pour les olives de table. Cette proposition découle de la décision prise par le Comité du Codex sur les fruits et légumes traités (ALINORM 99.27, para.67) de solliciter la collaboration du COI pour rédiger cet Avant-projet.

En conséquence, les méthodes d'analyse des olives de table devraient être révisées au cours de cette réunion.