

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

Juin 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

- DEMANDE D'OBSERVATIONS -

Les gouvernements et les organisations internationales concernées qui désirent soumettre leurs observations concernant les **Méthodes d'analyse des fruits et légumes transformés** (voir ALINORM 99/27, para. 70) décrites dans l'Annexe II jointe au présent document ainsi que sur les Recommandations de l'Annexe I sont priés de le faire **avant le 15 juillet 2000** en communiquant avec Mme Ellen Y. Matten, Bureau du Codex des Etats-Unis, Food Safety and Inspection Service, United States Department of Agriculture, Room 4861 South Building, 1400 Independence Ave. S.W., Washington, D.C., 20250-2700, télécopieur : +1 202 720 3157, adresse E-mail : uscodex@usda.gov, et en faisant parvenir une copie au Secrétaire du Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, Viale delle Terme di Caracalla 00100 Rome, Italie (télécopieur : +39.06.5705.4593 ou E-Mail : [codex @ fao.org](mailto:codex@fao.org)).

HISTORIQUE

1. À sa 19^e session (mars 1998), en collaboration avec un groupe de travail *ad hoc*, le Comité du Codex sur les fruits et les légumes transformés a examiné les méthodes d'analyse requises pour déterminer la conformité des produits aux normes établies par le Codex pour les fruits et les légumes transformés. Le groupe de travail a révisé la liste des méthodes d'analyse contenue dans le CX/PFV 98/7. Toutefois, compte tenu des contraintes de temps, le Comité n'a pu évaluer complètement les méthodes proposées. En conséquence, le Comité a accepté que la liste révisée soit distribuée, conjointement avec les renseignements supplémentaires fournis par le groupe de travail, afin que les

gouvernements et les organisations internationales concernées puissent émettre leurs observations. Il a aussi convenu que la liste révisée et les observations soumises seraient examinées par le Comité au cours de sa 20^e session avant que celle-ci ne soit soumise au Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS). Le Comité devra donc obtenir un consensus au cours de sa 20^e session quant aux méthodes d'analyse appropriées pour chaque norme avant que celles-ci ne soient soumises à l'approbation du CCMAS. Ces méthodes ne seront incorporées au Volume 13 du *Codex Alimentarius* qu'après avoir été approuvées et suite à l'adoption de normes appropriées.

2. La révision des Normes régionales européennes étant du ressort du Comité européen de coordination du Codex, les méthodes d'analyse pour le vinaigre ont été supprimées de la liste révisée. Par contre, les méthodes d'analyse associées aux projets de normes pour les cornichons (concombres) et les kimchis et aux normes proposées pour les produits aqueux à base de noix de coco¹ ont été ajoutées à la liste puisque le Comité du Codex sur les fruits et les légumes transformés doit les développer davantage. Les nomenclatures de certaines normes apparaissant dans la liste ont été modifiées conformément aux décisions de la 19^e session du Comité. À l'exception des normes et analyses recommandées pour l'ensemble des fruits et des légumes transformés, les méthodes de l'Annexe II sont classées par ordre alphabétique des catégories et des noms de produits.

3. Une méthode d'analyse (ou plusieurs méthodes) doit être recommandée pour toute catégorie requérant une description ou un étiquetage spécifique. En l'absence de description ou de libellé spécifique, il n'y a pas lieu de sélectionner une méthode d'analyse.

4. Les gouvernements sont priés de soumettre leurs observations concernant les méthodes d'analyse de l'Annexe II et les recommandations de l'Annexe I.

¹ Adoption en instance par la 47^e session du Comité exécutif à l'étape 5.

ANNEXE I : INFORMATIONS SUPPLÉMENTAIRES

Les renseignements suivants se réfèrent aux recommandations émises par le groupe de travail sur les méthodes d'analyse suite à la 19^e session du Comité du Codex sur les fruits et les légumes transformés. À moins d'avis contraire, ces recommandations ont été incorporées à la liste des méthodes contenue dans l'Annexe II ainsi que dans les méthodes A-Q de l'Annexe I.

1. Arsenic dans le chutney

AOAC 952.13 devrait être remplacé par AOAC 986.15, *Arsenic, cadmium, plomb, sélénium et zinc dans l'alimentation humaine et dans les aliments pour animaux, une méthode à éléments multiples.*

Le Comité devra examiner et déterminer si la méthode ISO 6634:1982 équivaut ou non à la méthode AOAC 986.15.

2. Étain dans le chutney

La méthode AOAC 980.19 actuelle concernant la présence d'étain dans les aliments devrait être remplacée par la méthode AOAC 986.16, *L'étain dans les aliments* par spectrophotométrie d'absorption atomique.

Le Comité devra examiner et déterminer si la méthode ISO 2247:1974 équivaut ou non à la méthode AOAC 986.15.

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

La méthode AOAC 945.99 *Acide lactique dans les légumes en conserve* par spectrophotométrie est recommandée.

Si une méthode enzymatique permet de déterminer le niveau d'acide lactique, elle devrait être identifiée et approuvée par le Comité avant d'être soumise à l'approbation du CCMAS.

4. Quantité totale de cendres dans le chutney

La méthode AOAC 940.26, *Cendres de fruits et de produits à base de fruits* est recommandée.

Le Comité devra examiner et déterminer si la méthode ISO 5516:1978 équivaut ou non à la méthode AOAC 940.26.

5. Le pH des fruits et des légumes transformés

Les méthodes ISO 11289:1993 et AOAC 981.12 sont recommandées.

6. Calcium dans les fruits et les légumes transformés

Outre une méthode ISO, la méthode AOAC 968.31 est recommandée.

Le Comité doit préciser le numéro de référence de la méthode ISO.

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

Les méthodes ISO 2173:1978 et AOAC 932.12 sont recommandées.

La méthode AOAC 920.151 est aussi recommandée.

8. Sulfate dans les fruits et les légumes transformés

Les méthodes ISO 522:1981 et AOAC 990.26 sont recommandées.

9. Chlorure de sodium dans les fruits et les légumes transformés

Les méthodes ISO 3634:1979 et AOAC 971.26 sont recommandées.

10. Beurre ou margarine dans les fruits et les légumes transformés

La méthode AOAC 970.51 est recommandée.

Méthode A : Détermination du poids égoutté – Méthode II

1. Après révision, la section 2.1 Spécifications concernant les tamis circulaires devrait indiquer : « Si le poids du contenu total du récipient est égal ou supérieur à ~~1.5kg-~~ ~~(3 livres)~~ 1kg. (2 livres), utiliser un tamis... »

2. Réviser la quatrième phrase de la section 3. Le mode opératoire devrait se lire comme suit : « Sans déplacer le contenu, incliner verticalement le tamis *d'environ 20°* de manière à faciliter l'égouttage ... »

3. Insérer une nouvelle phrase à la fin de ce paragraphe : « Ce mode opératoire devrait être effectué à 20°C ±5°C. »

4. Deux étapes importantes ont été exclues du mode opératoire : (1) la pesée du récipient plein et (2) la pesée du récipient vide et sec. Ces deux valeurs pondérales sont indispensables au calcul du pourcentage du poids égoutté (contenu solide) et du pourcentage de liquide. *Le Comité doit donc formuler ces modes opératoires de manière adéquate.*

Méthode B : Évaluation des fils durs

Cette méthode doit être remplacée par la méthode française.

Le Comité doit préciser le numéro de référence ou le libellé de la méthode qui sera soumis à l'examen du Comité et du CCMAS.

Méthode C : Détermination du poids égoutté lavé

1. Dans la section 1. Définition, insérer la phrase suivante en début de paragraphe : « Pour les produits visqueux tels que jus de viande, sauces et sirops. »
2. Dans la section 2.1 Spécifications concernant les tamis circulaires, les dimensions révisées des ouvertures carrées varient entre 2.5 et 3.0 mm de côté. *Les ouvertures carrées mentionnées dans le texte original étaient de 0.30 mm de côté.*

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

Cette méthode devrait être éliminée.

Méthode E : Détermination de la capacité en eau des récipients

1. Supprimer toute référence aux « récipients métalliques ».
2. La détermination de la capacité en eau des récipients doit se référer à la méthode ISO 90-1.
3. Supprimer la section 4.1.

Méthode H : Détermination des huiles minérales dans les raisins secs

Cette méthode doit être clarifiée car la référence à l'alumine pourrait être interprétée comme étant l'alumine en suspension dans l'eau ce qui, de toute évidence, n'est pas le cas. Qui plus est, aucune action n'est recommandée pour comparer le résultat obtenu à l'index de réfraction et au spectre IR d'un échantillon de comparaison d'huile minérale. Ces comparaisons pourraient fort bien être supprimées du mode opératoire établi pour cette méthode. *Le Comité doit rédiger un nouveau libellé.*

Méthode J : Détermination de l'acidité (olives de table)

Nous recommandons que la méthode révisée préconise l'utilisation d'un pH-mètre pour se conformer à l'objectif d'un pH de 8.3 lors de la titrimétrie.

Méthode K : Détermination du pH (olives de table)

Nous recommandons que la méthode soit révisée afin d'indiquer clairement que le pH de la saumure doit être mesuré et non pas celui des olives.

Méthode M : Détermination des fruits brisés, en morceaux, sales, moisissés, endommagés et immatures

1. La méthode devrait stipuler un échantillon de 1 kg.
2. La formule du pourcentage d'unités défectueuses devrait être :

$$\frac{\text{Poids des unités défectueuses}}{\text{Poids total de l'échantillon}} \times 100 = \% \text{ unités défectueuses}$$

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

$$\text{Pourcentage volumique de cornichons} = \frac{V_1 - V_2}{V_1}$$

Réviser l'équation du pourcentage volumique de cornichons .

Méthode P : Détermination de l'acidité totale de l'huile d'extraction (noix de coco râpée desséchée)

Modifier la méthode afin qu'elle stipule l'utilisation d'un pH-mètre pour se conformer à l'objectif d'un pH de 8.3 lors de la titrimétrie.

Méthodes d'échantillonnage²

Le Comité devrait demander au CCMAS d'envisager l'adoption de la méthode ISO 2859-1:1989 dans le cadre des méthodes d'échantillonnage.

Méthodes C d'échantillonnage : pour les ananas en conserve

Substituer « 500 g » à « 600 g » dans la section 2 (b).

² Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage se consacre actuellement à l'élaboration de directives générales d'échantillonnage.

ANNEXE II : MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES FRUITS ET LES LÉGUMES TRANSFORMÉS

<i>Norme de produit</i>	<i>Disposition</i>	<i>Niveau</i>	<i>Méthodes</i>	<i>Principe</i>	<i>Note³</i>
Fruits et légumes transformés	Calcium		AOAC 968.31 Méthode ISO	Titrimétrie complexométrique	
Fruits et légumes transformés (à l'exception des tomates et des champignons en conserve)	Poids égoutté		AOAC 968.30	Tamissage	A E I
Fruits et légumes transformés (à l'exception des cornichons)	Remplissage des récipients (récipients de verre)		Méthode E de l'Annexe	Pesée	A E I
Fruits et légumes transformés (à l'exception des cornichons)	Remplissage des récipients (récipients métalliques)		ISO 90. :1986	Pesée	A E I
Fruits et légumes transformés	Milieu de couverture		AOAC 932.12 ISO 2173:1978	Réfractométrie	
Fruits et légumes transformés	pH		AOAC 981.12 ISO 11289:1993	Potentiométrie	
Fruits et légumes transformés	Chlorure de sodium		AOAC 971.27 (méthode générale du Codex)	Potentiométrie	
Fruits et légumes transformés	Chlorure de sodium		ISO 3634:1979		
Fruits et légumes transformés	Solides solubles		ISO 2173:1978 AOAC 932.14C	Réfractométrie	E I
Fruits et légumes transformés	Sulfate		AOAC 990.26 ISO 522:1981		

³ Symbole dans la colonne de gauche : B, spécification pour l'ensemble des normes de produits sauf les additifs alimentaires ; F, pour les additifs alimentaires et A, spécification indiquée dans l'Annexe de la norme.

Symbole dans la colonne médiane : E, approuvé par le Comité du Codex sur les Méthodes d'analyse et d'échantillonnage ; TE, approbation provisoire.

Symbole dans la colonne de droite : I à IV, types de méthodes.

<i>Norme de produit</i>	<i>Disposition</i>	<i>Niveau</i>	<i>Méthodes</i>	<i>Principe</i>	<i>Note³</i>
Fruits et légumes transformés	Solides totaux		AOAC 932.12 ISO 2173:1978	Réfractométrie	
Fruits et légumes transformés	Solides totaux		AOAC 920.151	Gravimétrie	
Légumes transformés	Beurre ou margarine		AOAC 970.51	Chromatographie en phase gazeuse	
Produits aqueux de noix de coco	Échantillonnage		Directives générales d'échantillonnage ⁴		
Produits aqueux de noix de coco	Solides totaux	Niveaux variés	AOAC 925.23A	Gravimétrie (séchage entre 98 et 100°C)	B
Produits aqueux de noix de coco	Matière grasse totale	Niveaux variés	AOAC 945.48G	Méthode Röse-Gottlieb	B
Produits aqueux de noix de coco	Matière sèche non grasse	Niveaux variés	Soustraire la matière grasse totale des solides totaux		B
Produits aqueux de noix de coco	Eau, teneur en	<=95 % m/m	Soustraire les solides totaux de 100		B
Purée de pomme en conserve	Solides totaux	>=9 % (9°Brix)	AOAC 932.12 ISO 2173	Réfractométrie	A
Pousse de bambou en conserve ⁵	pH	>=4.0 ; 4.0-4.6 (si un acide est ajouté)	AOAC 981.12	Potentiométrie	B E I
Baies en conserve (framboises et fraises)	Milieu de couverture	>=10°Brix	AOAC 932.12 ISO 2173	Réfractométrie	A
Baies en conserve (fraises)	Impuretés minérales	<=300mg/kg	AOAC 971.33	Détermination des cendres	A E I
Salade de fruits en conserve	Proportions de fruits		Méthode L de l'Annexe	Inspection visuelle	

⁴ En cours de développement par le CCMAS

⁵ En ce qui concerne le poids égoutté, le Comité du Codex sur les Méthodes d'analyse et d'échantillonnage a adopté la méthode recommandée pour les fruits et les légumes transformés, au cours de sa 21^e session.

<i>Norme de produit</i>	<i>Disposition</i>	<i>Niveau</i>	<i>Méthodes</i>	<i>Principe</i>	<i>Note³</i>
Champignons en conserve	Poids égoutté lavé	≥ 27.5 % m/m (en sauce)	Méthode C de l'Annexe	Tamisage	A E I
Tomates en conserve	Poids égoutté		Méthode A de l'Annexe	Tamisage	A E I
Tomates en conserve	Détermination des moisissures	Non constatées	AOAC 965.41	Détermination des moisissures (Méthode de Howard)	A E I
Salade de fruits tropicaux en conserve	Proportions de fruits		Méthode L de l'Annexe	Inspection visuelle	
Haricots verts et haricots beurre en conserve	Fils durs	Pas de spécifications (seulement une définition)	Méthode B de l'Annexe	Traction	E I
Légumes en conserve (petits pois verts)	Matière sèche insoluble dans l'alcool	≤ 21 %	AOAC 938.10	Tamisage	A E I
Légumes en conserve (petits pois verts)	Variété des pois		Méthode F de l'Annexe	Inspection visuelle	A E I
Légumes en conserve (pois mûrs transformés)	Solides totaux	≥ 19.5 % du poids de l'eau distillée à 20°C que le récipient contiendra une fois rempli	AOAC 964.22	Four à vide	A E I
Légumes en conserve (choux palmistes)	Impuretés minérales	≤ 0.1 % m/m	ISO 762:1982 (confirmée 1992)	Gravimétrie	A E I
Chutney ⁶	Arsenic	≤ 1.0 mg/kg	AOAC 986.15 (méthode générale du Codex) ou ISO 6634:1982	Spectrophotométrie d'absorption atomique	B
Chutney	Cendres insolubles dans HCl	≤ 0.5 % m/m	ISO 763:1982	Gravimétrie	A E ⁷ I
Chutney	Cendres totales	≤ 5 % m/m	AOAC 940.26 ISO 5516:1978	Gravimétrie	A
Chutney	Teneur en fruits et/ou de légumes	≥ 40 %			B

⁶ Y compris le chutney aux mangues.

⁷ Pour le chutney aux mangues.

<i>Norme de produit</i>	<i>Disposition</i>	<i>Niveau</i>	<i>Méthodes</i>	<i>Principe</i>	<i>Note³</i>
Chutney	Plomb	<=2.5 mg/kg	AOAC 972.25 (méthode générale du Codex) ISO 6633:1984	Gravimétrie	B
Chutney	Étain	<=250.0 mg/kg	AOAC 985.16 ISO 2447:1974	Spectrophotométrie d'absorption atomique	B
Chutney aux mangues	Mangue, teneur en	>=40 %			B
Dattes	Identification des défauts		Méthode I de l'Annexe	Inspection visuelle	B E I
Dattes	Eau, teneur en	<=30 %	AOAC 934.06	Gravimétrie (four à vide)	A E I
Abricots secs	Identification des défauts		Méthode M de l'Annexe	Inspection visuelle	A E III
Abricots secs	Eau, teneur en	<=25 % m/m	AOAC 934.06	Gravimétrie (four à vide)	B E I
Champignons comestibles séchés	Eau	<=13 % m/m			B
Champignons comestibles et produits dérivés	Acide lactique	>=1 % m/m (champignons fermentés)	AOAC 945.99	Spectrophotométrie	B
Champignons comestibles et produits dérivés	Impuretés minérales				A
Champignons comestibles et produits dérivés	Sucres	<=2.5 % m/m (champignons marinés)			B
Champignons comestibles et produits dérivés	Vinaigre	<=2% m/m acide acétique (champignons marinés)			B
Champignons comestibles et produits dérivés	Eau				B
Noix de coco râpée desséchée	Cendres	<=2.5 % (m/m)	AOAC 950.49	Gravimétrie	A E I

<i>Norme de produit</i>	<i>Disposition</i>	<i>Niveau</i>	<i>Méthodes</i>	<i>Principe</i>	<i>Note³</i>
Noix de coco râpée desséchée	Matières végétales étrangères	<=15 morceaux par 100 g	Méthode Q de l'Annexe	Numération des matières étrangères à l'œil nu	A E IV
Noix de coco râpée desséchée	Taille des particules (granularité)	Très fines, fines et moyennes	ISO 2591-1:1998 test de tamisage conforme à la Méthode britannique des tamis d'essai à mailles normalisées : BS 410-1986	Tamisage	A TE ⁸ I
Noix de coco râpée desséchée	Eau, teneur en	<=3 % m/m	AOAC 925.40	Gravimétrie (perte à la dessiccation)	A E I
Noix de coco râpée desséchée	Huile, teneur en	>=55 % m/m	AOAC 948.22	Gravimétrie	A E I
Noix de coco râpée desséchée	Acidité totale de l'huile extraite	<=0.3 % m/m d'acide laurique	Méthode P de l'Annexe	Titrage de l'huile extraite	A E IV
Confitures d'agrumes, gelées et marmelades	Impuretés minérales	<=0.04 % (m/m)	AOAC 971.33	Détermination des cendres	A E I
Kimchi	Impuretés minérales	<=0.03 % m/m	AOAC 971.33	Détermination des cendres	A E I
Kimchi	Échantillonnage		Méthode décrite dans la norme selon l'instruction d'échantillonnage du Codex (AQL 6.5)		E
Kimchi	Acidité totale	<=1.0 % m/m	AOAC 942.15	Titrimétrie	E I
Cornichons (concombres) en conserve	Acidité totale	0.4-3.5 % d'acide acétique	AOAC 942.15	Titrimétrie	A E I
Cornichons (concombres) en conserve	Impuretés minérales	<=0.08 % m/m	AOAC 971.33	Sédimentation et filtration	A E I

⁸ Le Comité du Codex sur les Méthodes d'analyse et d'échantillonnage a prolongé le statut « approuvé » provisoire au cours de sa 21^e session.

<i>Norme de produit</i>	<i>Disposition</i>	<i>Niveau</i>	<i>Méthodes</i>	<i>Principe</i>	<i>Note³</i>
Cornichons (concombres) en conserve	Matière sèche soluble sans sodium (dans le milieu de couverture)	1.5 %-14 % (aigre-doux) ; >=14 % (sucrés)			
Cornichons (concombres) en conserve	Remplissage minimal (volume) par déplacement	>=53 %	Méthode N de l'Annexe	Déplacement	A E I
Marinade	Acidité	Non précisé	AOAC 942.15	Titrimétrie	E I
Marinade	Arsenic	<=1.0 mg/kg	AOAC 952.13 (méthode générale du Codex)	Colorimétrie (diéthyldithocarbamate)	B E II
Marinade	Arsenic	<=1.0 mg/kg	ISO 6634:1982	Spectrophotométrie, diéthyldithocarbamate d'argent	B E III
Marinade	Acide benzoïque	<=250 mg/kg	ISO 5518:1978	Spectrophotométrie	F TE IV
Marinade	Acide benzoïque	<=250 mg/kg	IFU 63 (1995) (proposée pour examen par le CCMAS)	Chromatographie liquide	F
Marinade	Acide benzoïque	<=250 mg/kg	AOAC 990.28 (méthode générale du Codex ; proposée pour examen par le CCMAS)	Méthode Monier-Williams optimisée	F
Marinade	Plomb	<=1.0 mg/kg	AOAC 972.25 (méthode générale du Codex)	Spectrophotométrie d'absorption atomique	B E II
Marinade	Plomb	<=1.0 mg/kg	ISO 6633:1984	Spectrophotométrie d'absorption atomique sans flamme	B E III
Marinade	Sodium	Non précisé	AOAC 971.27 (méthode générale du Codex)	Potentiométrie	E II
Marinade	Sodium	Non précisé	AOAC 939.10	Volumétrie, gravimétrie, titrimétrie (3 méthodes)	E III

<i>Norme de produit</i>	<i>Disposition</i>	<i>Niveau</i>	<i>Méthodes</i>	<i>Principe</i>	<i>Note³</i>
Marinade	Échantillonnage		Méthode décrite dans la norme selon l'instruction d'échantillonnage du Codex (AQL 6.5)		E
Marinade	Sorbats	<=1000 mg/kg	ISO 5519:1978	Spectrophotométrie	F TE IV
Marinade	Sorbats	<=1000 mg/kg	IFU 63 (1995) (proposée pour examen par le CCMAS)	Chromatographie liquide	F
Marinade	Sorbats	<=1000 mg/kg	NMKL 103 (1984)/ AOC 983.16 (méthode générale du Codex ; proposée pour examen par le CCMAS)	Chromatographie en phase gazeuse	F
Marinade	Anhydride sulfureux	<=30 mg/kg	AOAC 990.28 (méthode générale du Codex ; proposée pour examen par le CCMAS)	Méthode Monier-Williams optimisée	F
Marinade	Étain	<=250.0 mg/kg ⁹	AOAC 980.19 (méthode générale du Codex)	Spectrophotométrie d'absorption atomique	B E II
Marinade	Étain	<=250.0 mg/kg ⁹	ISO 2447:1974		B TE IV
Concentrés de tomates traités	Impuretés minérales	<=60 mg/kg basé sur un produit dilué de 8 % de matière sèche	AOAC 971.33	Détermination des cendres	A E IV
Concentrés de tomates traités	Matière sèche soluble naturelle de tomate	>= 8 %	AOAC 970.59	Réfractométrie	B E I
Raisins secs	Impuretés minérales	Non constatées	Méthode G de l'Annexe	Détermination des cendres	
Raisins secs	Huile minérale	<= 5 g/kg	Méthode H de l'Annexe	Extraction et séparation sur l'alumine	F E II

⁹ Le CCMAS a demandé au Comité d'évaluer la nécessité d'utiliser quatre chiffres significatifs pour quantifier le niveau de la disposition.

<i>Norme de produit</i>	<i>Disposition</i>	<i>Niveau</i>	<i>Méthodes</i>	<i>Principe</i>	<i>Note³</i>
Raisins secs	Eau, teneur en	≤ 31 %	AOAC 972.20	Hygromètre	B E I
Raisins secs	Sorbitol	≤ 5 g/kg	AOAC 973.28	Chromatographie en phase gazeuse	F E II
Olives de table	Acidité de la saumure	≥ 0.4 % m/m d'acide lactique (produit fermenté)	Méthode J de l'Annexe	Titrimétrie	B E IV
Pistaches non décortiquées	Eau, teneur en	≤ 7 % m/m	AOAC 925.40	Gravimétrie (perte à la dessiccation)	B E I
Pistaches non décortiquées	Identification des défauts		Méthode O de l'Annexe	Inspection visuelle	

ANNEXE I**MÉTHODES D'ANALYSE RECOMMANDÉES PRÉCÉDEMMENT À TITRE DE CAC/RM OU DÉCRITES DANS LES NORMES****A. DÉTERMINATION DU POIDS ÉGOUTTÉ – MÉTHODE II****1. DÉFINITION**

Par poids égoutté, on entend le pourcentage du contenu solide déterminé par la méthode décrite ci-dessous.

2. SPÉCIFICATIONS CONCERNANT LES TAMIS CIRCULAIRES

2.1 Si le poids total du contenu est inférieur à 1 kg (2 livres), utiliser un tamis ayant 20 cm (8 pouces) de diamètre.

2.2 Si le poids total du contenu est égal ou supérieur à 1,5 kg (3 livres), utiliser un tamis ayant 30 cm (12 pouces) de diamètre.

2.3 Les mailles de ces tamis sont faites avec du fil de fer tissé de manière à former des ouvertures carrées de 11,2 mm¹⁰ de côté.

3. MODE OPÉRATOIRE

Enlever le couvercle du récipient ; toutefois, dans le cas des récipients à couvercle fixé par double sertissage, ne pas enlever le double sertissage ni en modifier la hauteur. Vider le récipient ouvert de manière à en répartir le contenu sur les mailles d'un tamis circulaire préalablement pesé ou dont la tare est connue. Sans déplacer le contenu, incliner verticalement le tamis d'environ 20° pour faciliter l'égouttage du liquide. Laisser égoutter pendant deux minutes. Après les deux minutes d'égouttage, mesurer le poids du produit alors qu'il est encore sur le tamis, en tenant compte de la tare (ou du poids du tamis). Ce mode opératoire devrait être effectué à 20°C ±5°C.

4. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Des résultats ainsi obtenus, déduire le pourcentage m/m de liquide et le pourcentage m/m de poids égoutté (contenu solide).

B. ÉVALUATION DES FILS DURS**1. DÉFINITION**

Un fil dur est un fil qui peut résister à un poids de 250 g pendant 5 secondes ou plus lorsqu'il est mis à l'épreuve conformément au mode opératoire décrit ci-après.

2. PRINCIPE

Les fils retirés de chaque gousse sont fixés dans une pince à laquelle est assujetti un poids, l'ensemble pesant 250 g, et suspendus de façon que le fil supporte la totalité du poids. Si le fil résiste au moins 5 secondes à la traction exercée, il est considéré comme un fil dur.

¹⁰ Référence à la recommandation ISO R 565 ; de tels tamis peuvent être remplacés par des tamis américains de maillage no. 2 (ouverture de 11,3 mm).

3. APPAREILLAGE

3.1 Pince tarée

Utiliser une pince d'accumulateur (dont les griffes ont été limées ou retournées), une pince à ressort ou une pince de relieur à surface de serrage plate. Y fixer un poids de façon que l'ensemble du poids et de la pince atteigne 250 g. Voir la figure 1. Un sac rempli de grenaille de plomb constitue un excellent poids.

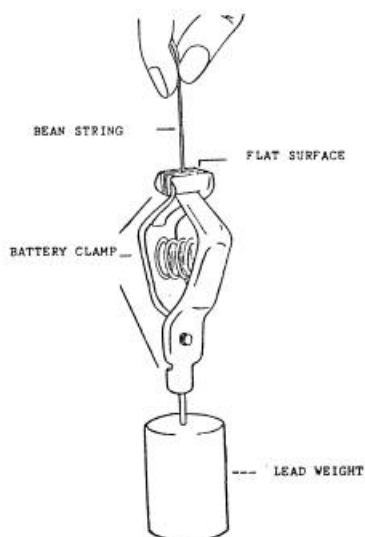
4. MODE OPÉRATOIRE

- 4.1 Dans le produit égoutté, prélever un échantillon représentatif pesant au moins 285 g. Noter le poids de cette prise d'essai.
- 4.2 Rompre chaque haricot et mettre de côté ceux qui présentent manifestement des fils durs. Enlever les fils des gousses et mettre de côté les gousses effilées pour les peser.
- 4.3 À une des extrémités du fil, fixer la pince et le poids. Saisir l'autre extrémité du fil entre les doigts (un morceau de tissu peut être utilisé pour faciliter la prise) et soulever doucement le tout.
- 4.4 Si le fil résiste au moins cinq secondes à la traction exercée par le poids de 250 g, on juge que le haricot contient un fil dur. Si le fil casse en moins de cinq secondes, répéter l'essai sur les brins rompus d'une longueur de 13 mm ou plus pour déterminer si ces fragments sont durs.
- 4.5 Peser les haricots contenant des fils durs.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

$\frac{\text{poids (en g) des gousses contenant des fils durs}}{\text{poids (en g) de la prise d'essai}} \times 100 = \% \text{ m/m de gousses contenant des fils durs}$

Figure 1 – Dispositif d'évaluation des fils durs des haricots verts ou haricots beurre



C. DÉTERMINATION DU POIDS ÉGOUTTÉ LAVÉ

1. DÉFINITION

Par poids égoutté lavé pour les produits 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.

2. APPAREILLAGE

2.1 Spécifications concernant les tamis circulaires

Tamis américain à taille fine No. 50¹¹ de 20 cm (8 pouces) de diamètre. Les mailles de ce tamis sont constituées par du fil métallique tissé de manière à former des ouvertures carrées variant de 2.5 à 3.0 mm.

3. MODE OPÉRATOIRE

3.1 Peser la boîte avant de l'ouvrir

3.2 Ouvrir la boîte et verser le contenu sur un tamis taré à mailles fines.

3.3 Laver le contenu du tamis tout d'abord avec de l'eau courante froide, puis avec de l'eau courante chaude, jusqu'à ce que toutes les substances adhérentes soient éliminées.

3.4 Étendre les champignons après lavage sur le fond du tamis, laisser égoutter pendant 5 minutes, puis peser.

3.5 Peser la boîte vide séchée et déterminer le contenu net (ou le poids total du produit).

4. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer le pourcentage m/m de poids égoutté par rapport au contenu net (ou au poids total du produit).

E. DÉTERMINATION DE LA CAPACITÉ EN EAU DES RÉCIPIENTS

1. CHAMP D'APPLICATION

La présente méthode s'applique aux récipients de verre.

2. DÉFINITION

On entend par capacité en eau d'un récipient le volume d'eau distillée à 20°C que le récipient contient une fois complètement rempli et fermé.

3. PROCÉDURE

3.1 Récipients métalliques

3.1.1 Choisir un récipient qui n'est endommagé à aucun égard.

3.1.2 Laver, sécher et peser le récipient vide après avoir découpé le couvercle sans ôter le double sertissage ou en modifier la hauteur.

3.1.3 Remplir le récipient avec de l'eau distillée à 20°C jusqu'à une hauteur de 4,8mm mesurée verticalement depuis le haut du récipient, puis peser le récipient ainsi rempli.

3.2 Récipients en verre

¹¹ Ce type de tamis sera remplacé par le tamis ISO correspondant dès que la norme ISO internationale sera établie.

3.2.1 Choisir un récipient qui n'est endommagé à aucun égard.

3.2.2 Laver, sécher et peser le récipient vide.

3.2.3 Remplir le récipient avec de l'eau distillée à 20°C jusqu'au niveau de son couvercle, puis peser le récipient ainsi rempli.

4. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Soustraire le poids obtenu en 3.2.2 du poids obtenu en 3.2.3. La différence sera considérée comme correspondant au poids d'eau nécessaire pour remplir le récipient. Les résultats sont exprimés en millilitres d'eau.

F. MÉTHODE POUR DISTINGUER LA VARIÉTÉ DES POIS

1. DÉFINITION

Cette méthode est fondée sur la différenciation entre les grains d'amidon des types ridés et les grains d'amidon de variété lisses.

2. RÉACTIFS ET APPAREILLAGE

2.1 Microscope, objectif composé - grossissement de 100 à 250
- contraste de phase

2.2 Lame et lamelle couvre-objet.

2.3 Spatule.

2.4 Éthanol – 95 % v/v.

2.5 Glycérine.

3. MODE OPÉRATOIRE

3.1 Préparation et montage

3.1.1 Enlever une petite partie de l'endosperme et la placer sur la lame ;

3.1.2 À l'aide d'une spatule, broyer la substance avec l'éthanol à 95 % v/v ;

3.1.3 Ajouter une goutte de glycérine, placer la lamelle couvre-objet sur la substance et examiner au microscope.

3.2 Identification

Les grains d'amidon des types ridés (petit pois doux) apparaissent généralement sous forme de particules sphériques, aux contours nettement définis.

Les grains d'amidon des variétés lisses (pois ronds) se présentent comme une masse amorphe, sans forme géométrique bien définie.

G. DÉTERMINATION DES IMPURETÉS MINÉRALES (SABLE) DANS LES RAISINS SECS

1. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

En raison des méthodes utilisées pour la cueillette et le séchage, les raisins sont exposés à la contamination par le sable ou par des particules de terre. Le but de la détermination est de séparer des raisins le sable et les matières inorganiques similaires en associant le recours aux cribles, à l'agitation et au jet d'eau. Après avoir été séparé du raisin, le sable est recueilli sur un crible à fines mailles, transféré dans un creuset, incinéré de manière à éliminer toute matière organique, et ensuite pesé. On effectue un prélèvement assez important, de façon à obtenir un échantillon proportionnel représentatif du produit, ainsi que pour disposer d'une quantité suffisante « d'impuretés minérales » ou de sable.

2. MATÉRIAUX

- Béchers en Pyrex – 2 000 ml
- Béchers – 800 ml
- Plaque chauffante ou étuve
- Moufle – 550° à 600°C
- Creusets pour l'incinération du résidu
- Cribles – diamètre de 20 cm – maille 8 ; pores de 2,38 mm
- Cribles – diamètre de 20 cm – maille 24-25 ; pores de 0,70 mm
- Cribles – diamètre de 20 cm – maille 250-270 ; pores de 50 microns

Note : Le crible à maille fine 250-270 peut avoir un diamètre plus petit (7,5 à 10 cm – 3 à 4 pouces) avec un raccord conique ou un entonnoir pour recueillir les liquides de lavage du crible de 20 cm (8 pouces) à maille 24-25.

3. RÉACTIFS

Solution de NaCl (15 %) – Diluer 15 g de NaCl dans 100 ml d'eau.

4. MODE OPÉRATOIRE

- 4.1 Peser 200 g de raisins et les placer dans un bécher de 2 000 ml ; ajouter 1 000 ml d'eau.
- 4.2 Ajouter cinq gouttes d'un détergent (sulfate d'alcoyle secondaire ou détergent de ménage) ; faire bouillir à feu doux pendant 20 minutes environ.
- 4.3 Passer à travers le système des cribles, celui à maille 8 étant au-dessus, celui à maille 25 au milieu, et celui à maille 270 en bas. En employant environ un tiers des raisins secs chaque fois, combiner jet d'eau et frottement vigoureux pour écraser les raisins et libérer le sable ou autres matières terreuses.
- 4.4 Enlever le crible à maille 8, et laver à fond le résidu sur le crible à maille 25.
- 4.5 Recueilli tout ce qui passe à travers le crible à maille 25 sur le crible à maille 270.
- 4.6 Transférer avec soin la matière demeurée sur le crible à maille 270 dans un bécher de 800 ml à l'aide d'un petit courant d'eau.
- 4.7 Laisser reposer pendant environ cinq minutes, pour que les substances plus lourdes puissent se déposer au fond du bécher et que les raisins plus légers puissent surnager.

- 4.8 Décanter la plus grande partie de l'eau et des raisins surnageants en laissant le sable au fond du bécher.
- 4.9 À ce stade, la plus grande partie des matières organiques devrait être éliminée. S'il semble qu'il y en ait une quantité appréciable dans le bécher, ajouter environ 400 ml d'une solution chaude de NaCl à 15 %, laisser reposer pendant 5 minutes et décanter à nouveau l'eau et les substances légères. Éliminer le NaCl par lavage à l'eau chaude. S'assurer qu'il ne reste plus de NaCl en ajoutant de l'AgNO₃.
- 4.10 Filtrer le résidu restant dans le bécher sur un filtre à débit rapide exempt de cendre et le transvaser dans un creuset taré.
- 4.11 Faire sécher et calciner dans le moufle pendant environ 2 heures, à une température de 550°-600°C.
- 4.12 Laisser refroidir et peser le résidu.

5. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats sont exprimés en milligrammes par 100 g de produit.

6. RÉFÉRENCE BIBLIOGRAPHIQUE

Adapté de « AOAC 971.33 *Residue (Acid-Insoluble)(Soil) in Fruits and Vegetables (Frozen)* ».

H. DÉTERMINATION DE L'HUILE MINÉRALE DANS LES RAISINS SECS

1. PRINCIPES DE LA MÉTHODE

Les raisins secs contiennent une certaine quantité d'huile naturelle qui peut être extraite en même temps que l'huile minérale selon un procédé normal d'extraction par solvant. La première étape consiste donc à éliminer du produit toutes les huiles végétales ou minérales, à l'aide d'un solvant approprié tel que le chloroforme. Après évaporation du chloroforme, on fait passer le résidu qui contient l'huile dans une colonne d'alumine pour séparer l'huile minérale insaponifiable de l'huile végétale en tirant parti de la différence de solubilité de ces deux types d'huiles. L'huile végétale demeure fixée dans la colonne d'alumine basique, alors que l'huile minérale non polaire est entraînée par l'éther de pétrole. Une fois l'éther évaporé, on obtient un résidu d'huile insaponifiable que l'on considère comme étant de l'huile minérale, après vérification de sa pureté par mesure de l'indice de réfraction et du spectre d'Intran.

2. APPAREILLAGE

- Béchers – 1 000 ml, 800 ml, 30-50 ml
- Entonnoirs à décantation – 800 ml
- Bain-marie bouillant
- Papier filtre à débit rapide
- Tube chromatographique, burette de 250 ml ou tube chromatographique de 30 x 450 mm muni d'un robinet d'arrêt.

3. RÉACTIFS

- HCl 6N (1+1)

- Alumine (Al_2O_3) Activité Brockman I, basique, maille 80-200, pH 9-11 dans une bouillie aqueuse à 10 % (Fisher Scientific Co., No A 540, 6-941 J.T. Baker No.0539).¹²
- Chloroforme, pur pour analyse
- Éther de pétrole, pur pour analyse B.P. 30° - 60°C
- Na_2SO_4 (anhydre)

4. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

- 4.1 Peser 200 g de raisins secs dans un bécher de 1 litre.
- 4.2 Ajouter 50 ml d'HCl 6N en agitant, Laisser reposer pendant une heure en remuant de temps à autre.
- 4.3 Ajouter 200 ml de chloroforme à la masse de raisins secs, remuer, puis décanté le chloroforme et l'extrait aqueux dans un bécher de 800 ml. Conserver les raisins secs dans le bécher de 1 000 ml.
- 4.4 Répéter encore deux fois l'opération 4.3, en utilisant pour chaque extraction 200 ml de chloroforme.
- 4.5 Verser le tout dans un entonnoir à décantation. Laisser reposer suffisamment longtemps pour permettre au chloroforme de se séparer des couches aqueuses. Retirer la couche chloroformée plus lourde et la transvaser dans un bécher de 800 ml.
- 4.6 Ajouter environ 100 g de Na_2SO_4 anhydre à l'extrait chloroformé et décanté à l'aide d'un filtre à débit rapide dans un autre bécher de 800 ml.
- 4.7 Laver le Na_2SO_4 avec 50 ml de chloroforme et décanté à l'aide d'un filtre dans un bécher en mélangeant les extraits chloroformés.
- 4.8 Évaporer jusqu'à quasi-siccité sur bain-marie bouillant, en ménageant un léger courant d'air.
- 4.9 Transvaser le résidu quantitativement dans un bécher de 50 ml en utilisant de petites quantités de chloroforme et évaporer à sec.
- 4.10 Sécher le résidu pendant 2 ou 3 heures à 100°C. Laisser refroidir.

5. PRÉPARATION DE LA COLONNE D'ALUMINE

- 5.1 Enfoncer un petit tampon de laine de verre dans la partie étranglée de la colonne.
- 5.2 Ajouter à travers un entonnoir à poudre 175 g d'alumine, tapoter sur l'éprouvette afin de tasser uniformément. Égaliser la surface. Couvrir avec un disque découpé dans un papier filtre à débit rapide et dont le diamètre soit légèrement inférieur à celui du tube.
- 5.3 Pré-laver la colonne avec environ 200 ml d'éther de pétrole. Juste avant que la dernière partie d'éther de pétrole ne se dépose dans l'alumine, arrêter le prélavage.

6. MODE OPÉRATOIRE

- 6.1 Reprendre le résidu avec 5-10 ml d'éther de pétrole.
- 6.2 Verser soigneusement dans la colonne d'alumine, ouvrir le robinet d'arrêt et recueillir l'éluat à une cadence inférieure à 5 ml/min.

¹² La nature de l'alumine est un facteur important

- 6.3 Fermer le robinet lorsque le mélange éther-huile s'est déposé juste au-dessus de la surface de l'alumine. Rincer le bécher contenant l'échantillon avec deux portions de 5 ml d'éther de pétrole, en lavant les parois de la colonne à chaque rinçage.
- 6.4 Ouvrir le robinet et laisser l'éther se déposer presque jusqu'à la surface de l'alumine. Remplir la colonne d'éther de pétrole.
- 6.5 Continuer à ajouter de l'éther de pétrole dans la colonne jusqu'à rassemblement d'un total de 400 ml.
- 6.6 Évaporer l'éther de pétrole sur un bain-marie bouillant jusqu'à réduction à un faible volume en recourant à un léger courant d'air sec pour faciliter l'élimination du solvant. L'utilisation d'un agitateur placé dans le flacon aide à empêcher une surchauffe et un débordement possible.
- 6.7 Transférer quantitativement dans un petit bécher taré en utilisant une petite portion d'éther de pétrole.
- 6.8 Évaporer à sec sur une surface chaude en ménageant un léger courant d'air. Sécher dans un four à convection pendant 1 heure à 100°C.
- 6.9 Effectuer les opérations 6.5 à 6.8 en utilisant au total 400 ml d'éther de pétrole pour l'essai à blanc.

7. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer le pourcentage en masse de cette huile insaponifiable par rapport à la masse initiale des raisins secs (200 g), selon la formule suivante :

$$\frac{m_1}{m_2} \times 100 = \frac{\text{huile minérale}}{100 \text{ g de produit}}$$

où : m_1 = résidu, en grammes

m_2 = masse, en grammes, de l'échantillon à l'étape 4.1

8. IDENTIFICATION ET PURETÉ DE L'HUILE MINÉRALE

- 8.1 Transférer approximativement 2 gouttes d'huile résiduelle sur plaque de NaCl ou d'Irtran. Recouvrir d'une autre plaque et préparer un spectre IR. Préparer une courbe semblable en utilisant de l'huile minérale USP (ou équivalent). Si le volume de l'huile résiduelle est trop petit pour être déposé directement sur une plaque, utiliser alors du CS₂. Procéder ensuite à l'évaporation complète du solvant avant de recouvrir la plaque d'une autre plaque. Les sommets apparaissent à 3,4, 6,83 et 7,25 nm.
- 8.2 Mesurer l'indice de réfraction sur une ou deux autres gouttes d'huile résiduelle et comparer avec l'indice de réfraction de l'huile minérale USP (ou équivalent) lu à la température de l'huile.

9. RÉFÉRENCE BIBLIOGRAPHIQUE

Adapté de « AOAC 966.11 *Mineral Oil in Baked Products* ».

I. DÉTERMINATION DES DÉFAUTS INTERNES (DATTES)

Examiner soigneusement chaque datte afin de déceler les défauts internes, à l'aide d'une source lumineuse puissante. Si les dattes sont dénoyautées, inciser la pulpe de façon à pouvoir observer la cavité interne. Sinon, fendre la datte de façon à mettre en évidence le noyau, extraire celui-ci et examiner la cavité interne.

J. DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ (OLIVES DE TABLE)¹³

Avec une pipette, introduire 25 ml de saumure dans un erlenmeyer de 250 ml. Titrer la solution avec une solution d'hydroxyde de sodium 0.1N, jusqu'à ce que le pH-mètre indique un pH de 8.3. La solution d'hydroxyde de sodium peut être étalonnée avec du phtalate acide de potassium de qualité analytique, et tout coefficient de correction peut alors être appliqué si nécessaire.

1 ml 0.1N NaOH = 0.0090 g d'acide lactique.

K. DÉTERMINATION DU PH (OLIVES DE TABLE)¹³

Monter et ajuster un potentiomètre ainsi que les électrodes en verre et en calomel conformément aux instructions du fabricant pour l'utiliser à 20°C. Étalonner l'instrument avec une solution tampon reconnue ayant un pH de 4.0 et à 20°C. Rincer les électrodes pour éliminer la solution tampon avec de grandes quantités d'eau distillée. Plonger l'électrode dans l'échantillon placé dans un bécher et ajuster à 20°C. Lire le pH à 0,05 unité près.

L. VÉRIFICATION DES PROPORTIONS DE FRUITS (SALADE DE FRUITS ET SALADE DE FRUITS TROPICAUX EN CONSERVE)

1. MODE OPÉRATOIRE

- 1.1 Déterminer le poids égoutté et garder séparément le liquide et les fruits.
- 1.2 Séparer chacun des ingrédients fruits et enlever les fruits présents en plus petites quantités (tels que cerises, ananas et raisins).
- 1.3 Peser chacun des ingrédients fruits à 1 g près.
- 1.4 Noter le poids de chaque fruit et faire la somme de ces poids.

2. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer le pourcentage des fruits en appliquant la formule suivante :

$$\frac{\text{poids de chacune des espèces}}{\text{*somme de tous les poids}} \times 100 = \% \text{ pondéral de chaque espèce}$$

*somme de tous les poids

* Ne pas utiliser le poids égoutté initial du produit avant séparation des fruits.

M. DÉTERMINATION DES FRUITS BRISÉS, EN MORCEAUX, SALES, MOISIS, ENDOMMAGÉS ET IMMATURES

Examiner les fruits (échantillon de 1 kg) à l'œil nu et peser les unités défectueuses. Calculer le pourcentage d'unités défectueuses selon la formule suivante :

¹³ La présence d'additifs alimentaires acides fausse l'interprétation des résultats.

$$\frac{\text{Poids des unités défectueuses}}{\text{Poids total de l'échantillon}} \times 100 = \% \quad \text{unités défectueuses}$$

N. DÉTERMINATION DU REMPLISSAGE MINIMAL (VOLUME) (PAR DÉPLACEMENT) (CORNICHONS (CONCOMBRES) EN CONSERVE)

MÉTHODE 1

- (1) Cette méthode convient pour tous les sous-types de cornichons. Utiliser un bidon de 4 à 8 litres, équipé d'un trop plein confectionné au moyen d'un tube de métal de 0,5 cm à 1 cm de diamètre intérieur (voir figure 1). Le tube est soudé à une ouverture percée dans le flanc du bidon, à 2 ou 3 cm du fond ; il est ensuite recourbé vers le haut, parallèlement à la paroi du récipient. L'extrémité supérieure du tube est légèrement recourbée vers le bas de façon à former un déversoir 4 cm en dessous du haut du bidon. La partie la plus basse de l'orifice du trop-plein se trouve en dessous du seuil de la courbe, à l'intérieur du tube (point A), alors que le point le plus haut de cet orifice est au-dessus de ce seuil (point A). Le point le plus haut de l'orifice est légèrement en retrait par rapport au point le plus bas. Près du haut du bidon, un collier maintient fermement le tube en place. Un panier en treillis métallique (environ 8 mailles par pouce) muni d'une anse est utilisé pour immerger l'ingrédient cornichon dans le bidon.
- (2) Disposer le bidon sur une table horizontale, en faisant en sorte que le trop-plein de liquide puisse s'écouler dans un évier. Remplir le bidon avec de l'eau à la température ambiante (environ 20°C ou 68°F). Disposer le panier vide dans le bidon rempli d'eau.
- (3) Lorsque le débordement a cessé, placer un béccher ou un cylindre gradué sous l'orifice du trop-plein.¹⁴
- (4) Sortir le panier, y disposer l'ingrédient concombre égoutté (à la température ambiante) puis l'immerger lentement dans le bidon. Lorsque le débordement a cessé, mesurer le volume du liquide écoulé. Le pourcentage du volume occupé par l'ingrédient concombre se calcule comme suit :

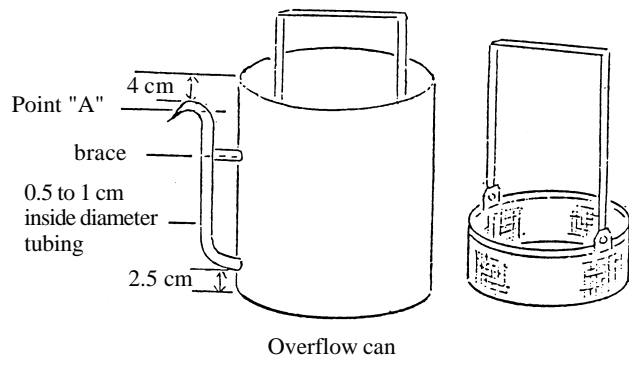
$$\frac{\text{Volume du liquide écoulé}}{\text{Capacité totale (volume) du récipient}} \times 100 = \text{pourcentage du volume occupé par l'ingrédient concombre}$$

(voir Méthode E)

Figure 1

¹⁴ NOTE : Dans le cas des cornichons (concombres) à la moutarde, préparer l'ingrédient concombre égoutté comme indiqué ci-après avant de déterminer le pourcentage du volume occupé par cet ingrédient : vider le contenu d'un emballage sur un tamis standard US No. 8 ou « Recommandation ISO R565 », de diamètre approprié pour que le produit soit réparti de manière régulière. Rincer la sauce adhérente avec un jet d'eau à température voisine de 20°C (68°F) Laisser égoutter pendant deux minutes en inclinant le tamis pour faciliter l'opération. Reprendre la détermination au No. 4 ci-dessus.

Figure 1



MÉTHODE 2

- (1) Remplir partiellement d'eau un cylindre gradué (ou tout autre appareil de mesure) suffisamment grand pour que l'ingrédient concombre d'un récipient y soit complètement immergé.
- (2) Avant d'introduire l'ingrédient concombre, noter le volume de l'eau qui se trouve dans le cylindre partiellement rempli.¹⁵
- (3) Introduire tous les concombres égouttés d'un récipient de manière à ce qu'ils soient entièrement submergés.
- (4) Mesurer le volume de liquide et de l'ingrédient concombre après l'immersion de ces derniers.
- (5) Soustraire le volume noté en (2) de celui noté en (4) pour obtenir le volume déplacé par l'ingrédient concombre.
- (6) Le remplissage minimal se calcule comme suit :

$$\frac{\text{Volume déplacé par l'ingrédient concombre}}{\text{Capacité totale (volume) du récipient}} \times 100 = \% \text{ du volume occupé par l'ingrédient concombre}$$

(voir Méthode E)

MÉTHODE 3

- (1) Verser et recueillir le milieu de couverture d'un récipient pour procéder à d'autres déterminations – voir 2.2.3.¹⁶
- (2) Remplir complètement avec de l'eau le récipient dans lequel se trouve l'ingrédient concombre (9.2.5).
- (3) Égoutter, recueillir et mesurer l'eau.
- (4) Le remplissage minimal (volume) se calcule comme suit :

$$\text{Pourcentage volumique de cornichons} = \frac{V_1 - V_2}{V_1}$$

Où :

V_1 = Capacité totale du récipient (Méthode E)

V_2 = Volume de l'eau égouttée au No. 3 ci-dessus

¹⁵ NOTE : Dans le cas des cornichons (concombres) à la moutarde, préparer l'ingrédient concombre égoutté comme indiqué ci-après avant de déterminer le pourcentage du volume occupé par cet ingrédient : vider le contenu d'un emballage sur un tamis standard US No. 8 ou « Recommandation ISO R565 », de diamètre approprié pour que le produit soit réparti de manière régulière. Rincer la sauce adhérente avec un jet d'eau à température voisine de 20°C (68°F) Laisser égoutter pendant deux minutes en inclinant le tamis pour faciliter l'opération. Reprendre la détermination au No. 3 ci-dessus.

¹⁶ NOTE : Dans le cas des cornichons (concombres) à la moutarde, préparer l'ingrédient concombre égoutté comme indiqué ci-après avant de déterminer le pourcentage du volume occupé par cet ingrédient : vider le contenu d'un emballage sur un tamis standard US No. 8 ou « Recommandation ISO R565 », de diamètre approprié pour que le produit soit réparti de manière régulière. Rincer la sauce adhérente avec un jet d'eau à température voisine de 20°C (68°F) Laisser égoutter pendant deux minutes en inclinant le tamis pour faciliter l'opération. Reprendre la détermination au No. 2 ci-dessus.

O. DÉTERMINATION DES DÉFAUTS SPÉCIFIQUES (PISTACHES NON DÉCORTIQUÉES)**1. DÉNOMBREMENT DES PISTACHES NON FENDUES**

- (a) Peser 500 grammes de pistaches et les compter.
- (b) Mettre de côté toutes les pistaches non fendues.
- (c) Compter les pistaches non fendues.
- (d) Diviser le nombre de pistaches non fendues par le nombre de pistaches de l'échantillon afin d'en déterminer le pourcentage (x 100).

2. DÉTERMINATION DES COQUES VIDES ET DES PISTACHES IMMATURES

- (a) Mélanger les pistaches non fendues avec le reste de l'échantillon pesé.
- (b) Ouvrir toutes les pistaches de l'échantillon. Compter séparément les coques vides et les pistaches immatures.
- (c) Diviser le nombre de coques vides et de pistaches immatures par le nombre de pistaches de l'échantillon, afin d'en déterminer le pourcentage (x 100).

3. DÉTERMINATION DES DÉGÂTS DUS AUX RAVAGEURS ET AUX MALADIES

- (a) Examiner une à une toutes les amandes de l'échantillon ci-dessus afin d'y déceler la présence éventuelle d'amandes détériorées par les ravageurs et les maladies.
- (b) Dénombrer les amandes endommagées.
- (c) Diviser le nombre de pistaches endommagées par les ravageurs et les maladies par le nombre de pistaches de l'échantillon, afin d'en déterminer le pourcentage (x 100).

4. CLASSIFICATION PAR CALIBRE

- (a) Peser 500 g de pistaches débarrassées de toute matière étrangère.
- (b) Compter le nombre de pistaches.
- (c) Diviser le nombre de pistaches contenues dans les 500 g et comparer le résultat aux chiffres indiqués dans la section 1.4 de l'Annexe pour la classification par calibre.

P. DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ TOTALE DE L'HUILE D'EXTRACTION (NOIX DE COCO RÂPÉE DESSÉCHÉE)**PRINCIPE**

Extraire l'échantillon au moyen d'éther à la température ambiante. L'acidité de l'huile d'extraction est déterminée par titrage à l'alcali et les résultats sont exprimés en pourcentage d'acide laurique.

RÉACTIFS

- (1) Éther éthylique anhydre, exempt de peroxyde.
- (2) Mélange d'éther et d'alcool éthylique à 95 % (1 : 2).
- (3) Hydroxyde de sodium 0.1N.

MODE OPÉRATOIRE

Extraire 50 g d'échantillon à la température ambiante dans un ballon d'Erlenmeyer de 500 ml avec 300 ml d'éther éthylique (réactif 1) pendant une heure avec agitation mécanique. Filtrer l'extrait au travers d'un papier filtre Whatman No. 542 et poursuivre l'évaporation à sec dans un évaporateur Rotary à circulation d'azote, à une température maximale de 40°C.

Vingt grammes de l'huile d'extraction sont pesés et dissous dans 100 ml de mélange d'alcool éthylique (réactif 2) puis titrés à l'hydroxyde de sodium 0.1N (réactif 3) jusqu'à obtention d'un pH de 8.3 au pH-mètre.

EXPRESSION DES RÉSULTATS

L'acidité est calculée comme suit:

$$\text{Acidité} = \frac{V \times N \times 20}{m}$$

V = Volume (ml) de NaOH utilisé

N = Normalité de la solution NaOH

M = Masse de l'échantillon, en grammes

Les résultats obtenus par la méthode ci-dessus sont exprimés en pourcentage d'acide laurique m/m.

Q. DÉTERMINATION DES MATIÈRES VÉGÉTALES D'ORIGINE ÉTRANGÈRE (NOIX DE COCO RÂPÉE DESSÉCHÉE)

La détermination se fait en étalant 100 g d'échantillon en couche mince sur un fond blanc et en comptant les matières étrangères à l'œil nu.

ANNEXE II

MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE

Bien que les questions d'échantillonnage sortent du cadre du présent document et que le CCMAS travaillent présentement à l'élaboration de plans qui devraient s'appliquer à toutes les normes de produits du Codex, il est préférable de noter les faits suivants :

- Toutes les normes, à l'exception de celles qui s'appliquent à la noix de coco râpée desséchée, sont conformes aux Plans d'échantillonnage du Codex pour les aliments préemballés (AQL 6.5) (1969),¹⁷ amendés en 1981¹⁸ ;
- La norme pour la noix de coco râpée desséchée est conforme à la méthode ISO 2170-1980 (Céréales et légumineuses) ou à la méthode d'échantillonnage ICC No 101-1960 et aux Instructions concernant les méthodes d'échantillonnage du Codex¹⁹ ;
- Certaines normes comportent des instructions et renseignements supplémentaires concernant l'échantillonnage. Ces informations contenues dans le texte des normes sont décrites ci-après.

A. SALADES DE FRUITS EN CONSERVE

TAILLE DES UNITÉS ÉCHANTILLONS

1. Pour déterminer la proportion des fruits et le remplissage du récipient (poids égoutté inclus), le récipient entier sera considéré comme unité échantillon.
2. Pour déterminer si les spécifications de pourcentage sont satisfaites en ce qui concerne les dimensions et formes des fruits et les défauts, on choisira comme unité échantillon :
 - (a) le récipient entier lorsque sa contenance est d'un litre ou moins ; ou
 - (b) 500 g de fruits égouttés (d'un mélange représentatif) lorsque le récipient a une contenance de plus d'un litre.

B. MANGUES EN CONSERVE

Les critères d'analyse du poids de remplissage doivent être élaborés.

TAILLE DES UNITÉS ÉCHANTILLONS

1. Pour déterminer le remplissage du récipient et le poids égoutté, le récipient entier sera considéré comme unité échantillon.
2. Pour déterminer si les spécifications sont satisfaites en ce qui concerne les types et les défauts, on choisira comme unité échantillon :
 - (a) le récipient entier lorsque sa contenance est d'un litre ou moins ; ou

¹⁷ Codex Alimentarius, Volume 13, pp. 115 à 125. Anciennement CAC/RM 42-1969.

¹⁸ ALINORM 83/20, pp. 44-45.

¹⁹ CX/MAS 1-1987.

- (b) 500 g de fruits égouttés (d'un mélange représentatif) lorsque le récipient a une contenance de plus d'un litre.

C. ANANAS EN CONSERVE

TAILLE DES UNITÉS ÉCHANTILLONS

1. Pour déterminer le niveau de qualité de tous les types d'ananas en conserve autres que morceaux, en dés, broyés ou tranchés, le récipient entier sera considéré comme unité échantillon.
2. Pour déterminer le niveau de qualité des ananas en conserve de type en morceaux, en dés, broyés ou tranchés, on choisira comme unité échantillon :
 - (a) le récipient entier lorsque sa contenance est d'un litre ou moins ; ou
 - (b) 500 g de fruits égouttés (d'un mélange représentatif) lorsque le récipient a une contenance de plus d'un litre.

D. DATTES

1. ÉCHANTILLON GLOBAL

Prendre au hasard deux paquets au moins dans chaque portion de 1 000 kg du lot. Extraire de chaque paquet un échantillon de 300 g, et en tout état de cause une quantité suffisante pour obtenir un échantillon brut de 3 000 g au minimum. Utiliser l'échantillon brut pour vérifier minutieusement la possibilité d'infestation par des insectes vivants et la propreté générale du produit avant de l'inspecter pour s'assurer qu'il répond aux autres dispositions de la norme.

2. SOUS-ÉCHANTILLONS POUR EXAMEN ET ESSAI

Mélanger soigneusement l'échantillon global et prélever au hasard, en différents endroits, de petites quantités afin de déterminer :

La teneur en eau	- 500 g
Le nombre de noyaux (dattes dénoyautées)	- 100 dattes
Le nombre de défauts spécifiés et le calibre	- 100 dattes

E. NOIX DE COCO RÂPÉE DESSÉCHÉE

1. Les instructions relatives au prélèvement des échantillons primaires doivent être conformes à la méthode ISO 2170-1980 (Céréales et légumineuses) ou à la méthode d'échantillonnage ICC N° 101-1960 (Échantillonnage des produits de mouture).
2. L'effectif de l'échantillon à prélever sur un lot homogène doit être conforme au Tableau 3 des Instructions concernant les méthodes d'analyse du Codex (CX/MAS 1-1987, Annexe V).
3. Pour toutes les déterminations, l'échantillon de laboratoire doit être préparé conformément au plan par variables pour la proportion des individus défectueux (CX/MAS 1-1987, Annexe IV).
4. Pour toutes les déterminations, à l'exception de la granulométrie, il faut soumettre un « échantillon global mélangé » à l'analyse.

5. Pour le contrôle de la dimension des particules, à savoir la catégorie à laquelle le produit appartient et qui est déclarée sur l'étiquette, la détermination pour les livraisons composées de produits préemballés doit se faire sur des emballages individuels.

F. CHUTNEY AUX MANGUES

Les critères d'analyse du poids de remplissage doivent être élaborés.

G. PISTACHES NON DÉCORTIQUÉES

1. ÉCHANTILLON GLOBAL

Prendre au hasard deux paquets au moins dans chaque portion de 1 000 kg du lot. Extraire de chaque paquet un échantillon de 150 g, et en tout état de cause une quantité suffisante pour obtenir un échantillon brut de 1 500g au minimum. Lorsque le produit est contenu dans des emballages en vrac, prendre des échantillons au hasard, en différents endroits, et en extraire deux échantillons de 150 g minimum, et en tout état de cause une quantité suffisante pour obtenir un échantillon brut de 1 500g au minimum. Utiliser l'échantillon brut pour vérifier minutieusement la possibilité d'infestation par des insectes vivants, la présence de pistaches moisies et la propreté générale du produit avant de l'inspecter pour s'assurer qu'il répond aux autres dispositions de la norme.

2. SOUS-ÉCHANTILLON POUR EXAMEN ET ESSAI

Mélanger soigneusement l'échantillon global et prélever au hasard, en différents endroits, de petites quantités afin de déterminer :

- | | |
|------------------------------|---------|
| (a) La teneur en eau | - 50 g |
| (b) Spécifications générales | - 500 g |
| (c) Défauts spécifiques | - 600 g |