

# commission du codex alimentarius

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

ORGANISATION MONDIALE  
DE LA SANTÉ

BUREAU CONJOINT:

Via delle Terme di Caracalla 00100 ROME: Tél. 5797 Câbles Foodagri

ALINORM 79/23

## PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS  
Treizième session, Rome, 3-14 décembre 1979

F

## RAPPORT DE LA ONZIEME SESSION DU COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE Budapest, 2-6 juillet 1979

### Introduction

1. Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a tenu sa onzième session à Budapest du 2 au 6 juillet 1979, à l'aimable invitation du Gouvernement hongrois. M. K. Sütó, Président du Comité national hongrois du Codex et Vice-Président du Bureau hongrois de normalisation a ouvert la session; il a souhaité la bienvenue aux participants et rappelé à quel point une coopération était nécessaire entre les organisations internationales pour la mise au point de méthodes d'analyse et d'échantillonnage répondant aux besoins du Codex. Il a présenté le Président de la session, le Professeur R. Lásztity, du Département de biochimie et de technologie alimentaire de l'Université technique de Budapest.
2. Le Professeur Lásztity a souligné l'importance particulière que revêt la présente session du Comité, l'examen de son programme de travail par le Comité exécutif à sa vingt-quatrième session et par la Commission à sa douzième session ayant conduit à une révision de son mandat. Ces changements seront examinés à la présente session.
3. Les délégués de vingt-trois pays et des observateurs de cinq organisations internationales participaient à la session. La liste des participants, y compris les fonctionnaires de la FAO figure à l'Annexe I du présent rapport.

### Adoption de l'ordre du jour

4. Le Comité adopte l'ordre du jour sans modification. Il décide également que les questions touchant l'échantillonnage qui figurent aux points 6(a) et 6(b) de l'ordre du jour seront examinées par un Groupe de travail ad hoc et qu'au besoin on confiera à un petit sous-groupe l'étude des aspects plus spécifiques des plans d'échantillonnage prévue aux points 6(b)(i) et 6(b)(ii). Les délégations des pays suivants ont manifesté le désir de faire partie de ce Groupe de travail: Hongrie, Pays-Bas, Norvège, Suisse, Royaume-Uni, Etats-Unis d'Amérique, ainsi que les observateurs de la CEE et l'UICPA.

### Désignation des rapporteurs

5. M. R. Sawyer (Royaume-Uni) et Mme J. Castang (France) ont été désignés par le Comité pour remplir les fonctions de rapporteurs.

### Questions découlant des travaux de la Commission et de Comités du Codex

6. Le Comité était saisi des documents CX/MAS 79/2 et CX/MAS 79/2-Add.1 contenant des informations l'intéressant provenant des rapports de la Commission, des Comités s'occupant de questions générales, des Comités de produits ainsi que de la deuxième Consultation FAO/OMS d'experts des méthodes d'analyse et d'échantillonnage des contaminants dans les aliments. Il note que le Comité exécutif et la Commission ont décidé,

après avoir examiné respectivement à leurs vingt-quatrième et douzième sessions le programme des travaux futurs du Comité, que ce dernier poursuivrait ses activités, mais que les termes de son mandat seraient modifiés. Ces deux organes ont aussi vivement recommandé que le Groupe de travail sur l'échantillonnage continue la mise au point des Plans d'échantillonnage aux fins d'acceptation.

#### Classification des méthodes d'analyse du Codex

7. La classification proposée pour les méthodes d'analyse du Codex qui comporte quatre catégories, pour lesquelles des définitions et une terminologie n'ont pas encore été officiellement approuvées, a fait l'objet d'un important débat lors de la vingt-quatrième session du Comité exécutif. Il a été suggéré d'accorder une attention majeure aux méthodes généralement applicables aux normes et à celles pouvant servir à l'application des règlements, afin de répondre aux besoins des pays en développement. On a également souligné que le Comité devrait avoir pour tâche de confirmer les méthodes proposées par les Comités de produits et de coordonner les activités avec celles d'autres organisations internationales spécialisées.

8. Le Comité note que la deuxième Consultation FAO/OMS d'experts (Rome, février-mars 1978) a elle aussi examiné et approuvé la classification proposée pour les méthodes Codex.

9. Le Comité décide qu'il est nécessaire de procéder à un examen détaillé de la classification pendant la présente session car on n'a pu consacrer que peu de temps à l'étude des propositions du Groupe de travail ad hoc lors de la dixième session (voir ALINORM 78/23, Annexe II).

10. On est convenu que toutes les nouvelles méthodes d'analyse devront être classées dans l'une des quatre catégories recommandées initialement par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage à sa dixième session (voir ALINORM 78/23, Annexe II) dénommées:

1. Méthodes - critères (type I)
2. Méthodes de référence (type II)
3. Méthodes de remplacement approuvées (type III)
4. Méthodes provisoires (type IV)

11. Le Comité a ensuite examiné les définitions nécessaires à l'établissement des quatre types de méthodes proposées par le Groupe de travail ad hoc. Il est convenu que la définition concernant les méthodes du type I doit être révisée. Chaque type de méthode a ensuite fait l'objet d'un examen approfondi qui a conduit le Comité à formuler les observations générales suivantes.

12. Les méthodes des types I et II sont appropriées aux fins de référence et d'étalonnage. Celles du type III peuvent être utilisées comme méthodes de remplacement aux fins de réglementation et de contrôle de la conformité. Le Comité a également considéré qu'il pouvait y avoir plusieurs méthodes du type III dans la même norme. Quant aux méthodes du type IV, une confirmation des critères applicables aux méthodes Codex est nécessaire avant de pouvoir les utiliser comme méthodes officielles dans les normes Codex. En outre, lorsqu'il existe des méthodes de remplacement pour celles du type I, les méthodes-critères doivent être utilisées aux fins d'étalonnage.

13. Le Comité est aussi convenu des critères applicables à toutes les méthodes d'analyse, décrites dans l'Annexe II:

1. Spécificité
2. Exactitude
3. Précision
4. Seuil de détection
5. Sensibilité
6. Utilité pratique
7. Autres critères à préciser selon les besoins

14. De l'avis général, une classification et des critères analogues devraient aussi être préparés pour les méthodes d'échantillonnage par le Groupe de travail ad hoc sur l'échantillonnage (Annexe III).

15. Le Comité approuve également les procédures régissant les rapports avec les autres comités du Codex tels que définis aux paragraphes 12 et 13 de l'Annexe II du document ALINORM 78/23, auxquels il ajoute la nécessité d'évaluer l'utilité et l'applicabilité des méthodes qui lui sont soumises par les Comités de produits.

Mandat révisé du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage et changements corollaires dans le Manuel de procédure, y compris définition et classification des méthodes d'analyse et d'échantillonnage

16. Le Comité était saisi du document CX/MAS 79/3 traitant de cette question et de deux documents de séance préparés par un petit Groupe de travail ad hoc qui s'était réuni au cours de la session. Le document de séance No 1 contenait une proposition de texte amendé pour le paragraphe 13(c) (i) du Manuel de procédure qui traite des rapports entre les comités s'occupant de produits et les comités s'occupant des questions générales, tandis qu'un projet d'amendement aux Principes généraux pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex figurait dans le document de séance No 2 (voir aussi ALINORM 78/12, Annexe II).

Mandat révisé du Comité

17. Le Comité prend note du fait que la Commission du Codex Alimentarius a approuvé à sa douzième session (ALINORM 78/41, par. 284) le mandat révisé (CX/MAS 79/3, Annexe I) proposé par le Secrétariat et qu'elle examinera à sa treizième session les changements corollaires à apporter au Manuel de procédure.

18. En examinant ce mandat le Comité a constaté que quelques changements de caractère rédactionnel étaient nécessaires et révisé le texte en conséquence (voir l'Annexe II du présent rapport).

Amendements proposés aux Directives à l'usage des Comité du Codex (par. 13(c) (i))

19. Le Comité a réexaminé le texte révisé préparé par le Groupe de travail ad hoc. A la suite d'un débat il décide que ce texte doit être modifié pour qu'il apparaisse clairement que les méthodes d'analyse et les méthodes d'échantillonnage sont complémentaires.

20. On trouvera les textes révisés à l'Annexe II du présent rapport.

"Principes généraux pour l'établissement des méthodes d'analyse du Codex" /et d'échantillonnage/.

21. En examinant les Principes généraux précités qui concernent les méthodes d'analyse, on s'est demandé s'il ne serait pas nécessaire d'établir sur la base des travaux du Groupe de travail ad hoc sur l'échantillonnage un texte analogue, énonçant des principes généraux pour l'établissement des méthodes d'échantillonnage du Codex. Le Comité décide que le paragraphe 1 de ce document où est décrit l'objet des Méthodes d'analyse du Codex s'applique également à l'échantillonnage, et que les définitions des types de méthodes d'analyse et de méthodes d'échantillonnage, ainsi que les critères généraux régissant leur choix doivent figurer dans le même document.

22. Le Comité reconnaît que la mise au point de la section traitant de l'échantillonnage exigera un travail important et de nombreuses discussions et décide qu'il examinera cette question plus en détail à sa prochaine session (voir par. 30), pour laisser au nouveau Groupe de travail sur l'échantillonnage la possibilité de préparer un texte approprié.

23. Le Comité note qu'en présence de méthodes de remplacement pour les méthodes-critères (type I), la méthode-critère doit également servir aux fins d'étalonnage et qu'il existe dans ce cas un double emploi avec les méthodes de référence (type II). Il décide d'amender en conséquence les définitions des méthodes-critères et des méthodes de référence, à l'aide de termes judicieusement choisis pour chaque type de méthode et de compléter les exemples donnés pour ces deux types avec d'autres méthodes.

24. A propos des critères généraux, le Comité note que, selon la définition usuelle (voir par exemple, Deuxième Consultation mixte FAO/OMS d'experts des méthodes d'échantillonnage et d'analyse des contaminants dans les aliments, page 2), la distinction faite entre répétabilité et reproductibilité se rapporte aux résultats d'analyses intralaboratoires (dans un laboratoire) et interlaboratoires (dans un laboratoire et entre plusieurs laboratoires) et décide d'introduire cette distinction dans le texte.

25. Le Comité note également que les définitions données pour spécificité, exactitude et précision font l'objet d'un accord général, mais que les termes tels que "sensibilité" ne sont pas toujours interprétés de la même manière et qu'il pourrait être amené à les réexaminer. Il est convenu qu'un document de travail fondé entre autres sur les recommandations de l'UICPA/ISO pourra fournir une base appropriée pour la discussion de cette question. Le document amendé est reproduit à l'Annexe II.

Rapport du Groupe de travail ad hoc sur les méthodes d'échantillonnage du Codex

26. Le Comité était saisi du rapport du Groupe de travail ad hoc précité (voir Annexe III). En présentant ce rapport, le Président du Groupe de travail (M. B. Levy, Etats-Unis) a appelé l'attention du Comité sur quelques points essentiels examinés par le Groupe de travail, à savoir:

- a) Il est nécessaire de poursuivre les travaux sur l'harmonisation des approches en matière d'échantillonnage et sur l'établissement de plans d'échantillonnage pratiques;
- b) Il conviendrait que les recommandations du Codex concernant l'échantillonnage soient de caractère facultatif, même si certains aspects des plans d'échantillonnage, notamment les critères statistiques applicables à "l'acceptation de lots" sont obligatoires aux termes de la Procédure Codex d'acceptation des normes;
- c) Les dispositions des normes Codex (par. ex. les limites minimales ou maximales) devraient être clarifiées en ce qui concerne l'acceptabilité du lot).

27. Le Comité est convenu que les dispositions voulues (bureaux, service de secrétariat, etc.) devront être prises pour que l'on puisse entreprendre les travaux en matière d'échantillonnage prévus aux termes du nouveau mandat du Comité.

28. Le Comité note que le Groupe de travail recommande aussi des activités futures dans le domaine de l'échantillonnage, qu'il s'est occupé des problèmes spécifiques touchant à l'échantillonnage pour la détermination du contenu net et qu'il a examiné l'amendement aux Plans d'échantillonnage pour les denrées alimentaires préemballées (CAC/RM 42-1969) proposé par le Comité du Codex sur les fruits et légumes traités.

29. Le Comité souscrit aux vues exprimées par le Groupe de travail ad hoc au sujet de l'objet et du statut des méthodes d'échantillonnage du Codex (voir aussi par. 21) et convient qu'il est essentiel d'harmoniser au plan international les critères applicables pour le refus des lots (par exemple l'interprétation du résultat de l'échantillonnage et des analyses en fonction des dispositions des normes Codex et des lots). Il accepte également les recommandations du Groupe concernant les travaux futurs.

30. Afin de faire progresser les activités dans le domaine de l'échantillonnage, le Comité décide d'établir un nouveau Groupe de travail ad hoc sur l'échantillonnage. Il aura pour tâche d'entreprendre des travaux sur les différents points recommandés par le Groupe de travail actuel. Le Comité a demandé à M. R. Player (Royaume-Uni) de bien vouloir remplir les fonctions de coordonnateur des activités du Groupe, avec l'assistance du Secrétariat hongrois et du Secrétariat du Codex. Le Comité reconnaît que le Groupe de travail devra peut-être se réunir avant la prochaine session du Comité. Le Secrétariat s'est chargé d'étudier cette question.

31. Les pays et organisations ci-après ont été désignés en tant que membres du Groupe de travail: Australie, Egypte, Finlande, République fédérale d'Allemagne, Hongrie, Pays-Bas, Norvège, Suisse, Royaume-Uni, Etats-Unis et CEE, étant entendu que d'autres pays et organisations seront les bienvenus dans ce Groupe.

32. En ce qui concerne la question du plan de probabilité modérée d'acceptation pour la définition du poids net par rapport aux lots, le Groupe de travail a émis l'avis qu'il s'agit d'un plan d'une haute valeur technique.

33. Le Comité est convenu qu'un questionnaire sera préparé pour demander aux gouvernements de faire connaître leur opinion sur l'acceptabilité de ce plan en général. Le Secrétariat s'est engagé à mettre au point ce questionnaire en consultation avec le Président du Groupe de travail actuel. Il décide en outre que la question des contenus nets devrait être renvoyée devant les Comités du Codex compétents pour un nouvel examen lorsqu'il aura considéré à nouveau le plan de probabilité modérée compte tenu des observations des gouvernements.

34. En examinant le projet d'amendement au Plan d'échantillonnage pour les denrées alimentaires préemballées (CAC/RM 42-1969), le Groupe de travail a formulé des observations spécifiques, répondant aux questions soulevées dans le document CX/MAS 77/2-Add.1. Toutefois, il n'a pas été en mesure d'évaluer l'effet exercé sur les probabilités d'acceptation d'un lot pour la diminution du taux d'échantillonnage dans le cas de lots de taille supérieure tels que proposés dans le document de travail.

35. Le Comité décide de transmettre les observations du Groupe de travail au Comité s'occupant de produits compétent pour qu'il puisse les examiner. Le Secrétariat a été invité à étudier comment donner suite à ce projet d'amendement aux Plans d'échantillonnage.

36. Le Comité appelle l'attention des Comités s'occupant de produits sur le rapport du Groupe de travail sur l'échantillonnage des denrées surgelées (ALINORM 79/25, Annexe XIII) dans lequel la présentation des sections relatives à l'échantillonnage et aux analyses qui figurent dans les normes de produits est examinée compte tenu du besoin d'y mentionner différents plans d'échantillonnage et différentes procédures d'acceptation des lots.

#### Méthode générale de détermination des chlorures dans les aliments

37. Le Comité était saisi du document ALINORM 76/23, Annexe IV où figure la norme précitée.

38. Le Comité a appris que l'emploi des unités de mesures SI était maintenant obligatoire dans plusieurs pays et organisations internationales et qu'il le deviendrait prochainement dans d'autres.

39. On est convenu de revoir la méthode précitée pour y introduire des unités SI et d'instituer au titre d'un principe général leur utilisation dans les futures méthodes d'analyse et d'échantillonnage. Au besoin, les unités SI devront être accompagnées pendant une période transitoire d'autres unités conventionnelles figurant entre crochets pour permettre aux analystes de procéder facilement à la conversion. Les normes déjà publiées seront modifiées dans ce sens en cas de révision.

40. Le Comité note qu'il avait à sa quatrième session (ALINORM 69/23, par. 84-85) considéré que le plan-type pour une méthode Codex d'analyse des produits alimentaires, établi sur la base du document ISO R78, était d'une grande utilité et décidé d'adopter in toto ce plan-type et de recommander son utilisation au Comité s'occupant de produits.

41. Le document ISO R78 a été maintenant révisé et adopté par le Conseil de l'ISO en tant que "ISO Guide 18". Quelques délégations ont fait valoir que le document à l'examen ne suivait pas la présentation ISO; elles ont proposé que sa présentation soit adaptée au plan-type et que le Comité l'examine plus tard au cours de la session. On a fait notamment remarquer que des données sur la reproductibilité et la répétabilité étaient nécessaires pour que le texte soit complet.

42. Le Comité note qu'en général seules les méthodes d'analyse et d'échantillonnage destinées à figurer in extenso dans les normes Codex devraient être mises en forme conformément au plan-type, et que le texte en cause, qui a déjà été publié ailleurs (JAOAC, 58, 399-400 (1975)) pourrait être mentionné par référence. Toutefois, étant donné qu'il s'agit d'une méthode générale authentifiée par des études interlaboratoires, on est convenu de la présenter conformément au plan-type à titre de modèle, d'y mentionner pour référence les études interlaboratoires et d'y insérer à l'intention des analystes, des données précisant les caractéristiques de la méthode. Le document révisé figure à l'Annexe IV du présent rapport. Le Comité décide de faire passer cette méthode à l'étape 8 de la Procédure.

#### Confirmation des méthodes d'analyse proposées par les Comités du Codex s'occupant de produits

43. Le Comité était saisi du document CX/MAS 79/6 où figuraient les méthodes d'analyse demandant confirmation. Les conclusions auxquelles on est parvenu et la situation des méthodes examinées, en ce qui concerne leur confirmation, sont récapitulées à l'Annexe V. On a soulevé la question de l'introduction des unités SI dans les méthodes existantes et décidé d'appeler l'attention des Comités de produits sur cette exigence pour qu'ils prennent les mesures nécessaires lorsqu'ils soumettront de nouvelles méthodes.

44. Le Comité était saisi du document CX/EURO 79/5, où sont proposées des méthodes d'analyse pour les eaux minérales, ainsi que d'un extrait du rapport de la onzième session du Comité de coordination pour l'Europe (CX/MAS 79/LIM.1).

45. La délégation de la Pologne a déclaré que le document CX/EURO 79/5 lui était parvenu quelques jours seulement avant la session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage et qu'elle avait pris connaissance du document CX/MAS 79/LIM.1 pendant la session. Elle estime que ce document ne peut faire l'objet d'un débat si les délégations n'ont pas eu le temps de le lire. A son avis, des documents traitant d'un sujet aussi important que les méthodes d'analyse devraient être distribués au moins deux mois avant la session au cours de laquelle ils seront examinés, ainsi qu'il est stipulé dans le Manuel de procédure (page 11, par. 7). Un débat constructif ne peut avoir lieu si les documents sont distribués juste avant la session.

46. Le Président du Comité de coordination pour l'Europe, M. H. Woidich (Autriche) a présenté les documents. Le Comité prend note du par. 48 du rapport du Comité de coordination pour l'Europe, où il est fait état des travaux en cours au sein du CCMAS en ce qui concerne la classification des méthodes d'analyse et les critères régissant leur emploi. Il note également que le Comité de coordination pour l'Europe s'est demandé s'il devait proposer des méthodes permettant de déterminer les substances qui ne sont pas expressément limitées ou mentionnées dans la norme, et qu'il a décidé de renvoyer ces méthodes devant le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage pour examen.

47. Le Comité de coordination pour l'Europe s'est efforcé d'indiquer les méthodes appartenant au Type I (méthodes-critères) dans la liste proposée pour confirmation (document CX/MAS 79/LIM.1, Annexe III). Les méthodes ne faisant l'objet d'aucune disposition dans la norme ont également été identifiées. Quelques délégations ont estimé que l'on ne saurait qualifier de "méthodes-critères" des méthodes cherchant à démontrer l'absence de certaines substances indésirables. Il s'agit parfois d'évaluer des substances ou des groupes de substances donnés et, en aucun cas des renseignements sur le seuil de détection des méthodes proposées n'ont été fournis pour examen. On a étudié en détail la proposition visant à inclure des méthodes dans la norme lorsqu'aucune disposition spécifique ne figure dans les sections relatives à la composition du produit. Plusieurs délégations ont craint que cela ne constitue un précédent regrettable et que la présentation des données ne permette pas au Comité d'examiner les propositions de façon satisfaisante.

48. Le Comité décide qu'il faudrait demander au Comité du Codex sur les Principes généraux des directives sur le point de savoir s'il était nécessaire de prévoir une méthode d'analyse dans le cas d'une substance ne faisant l'objet d'aucune disposition dans la norme.

49. Le délégué de la Norvège a insisté vivement sur l'incongruité des méthodes mentionnées aux par. 47 et 48 par rapport aux dispositions des normes, en particulier quand celles-ci ont apparemment pour objet d'étayer des questions d'étiquetage. L'attention a été attirée notamment sur le texte du Manuel de procédure du Codex (page 75, par. 2(a)). Le Comité est convenu que cette question devait être examinée par les gouvernements."

50. Le Comité reconnaît que les discussions sur le changement de mandat, sur la classification des méthodes et l'accent mis sur les critères d'acceptation des méthodes entraîneront nécessairement une période de transition.

51. Compte tenu de cette situation, le Comité est convenu de confirmer provisoirement, dans l'attente d'études interlaboratoires, les deux "méthodes-critères" (type I) proposées par le Comité de coordination pour l'Europe (à savoir, les méthodes 3.1.1 Substances solides dissoutes totales et 3.3.1 Matières organiques totales); il demande cependant que ces deux méthodes soient mises au point conformément à la présentation ISO appropriée et distribuées aux gouvernements pour observations. Au sujet des autres méthodes, le Comité décide de les classer parmi les méthodes du type IV et de les distribuer pour observations à l'étape 6.

#### DENREES ALIMENTAIRES SURGELEES

Choux de Bruxelles surgelés, haricots verts et haricots beurre surgelés, carottes surgelées

52. Les méthodes soumises sont confirmées (voir Annexe IV au présent rapport).

#### Epinards surgelés

53. La délégation du Royaume-Uni a fait remarquer que les procédures d'échantillonnage soumises pour confirmation dépendaient de l'approbation future des principes généraux d'échantillonnage et que toute décision devait être différée dans l'attente de conclusions pratiques du Groupe de travail sur l'échantillonnage. Les méthodes restantes sont approuvées avec les amendements mineurs indiqués à l'Annexe V.

#### FRUITS ET LEGUMES TRAITES

##### Cornichons (concombres) en conserve

54. Le Comité est convenu d'appeler l'attention du Comité du Codex sur les fruits et légumes traités sur la Méthode générale Codex pour le dosage des chlorures et de donner au Secrétariat le pouvoir de mettre à jour les références aux procédures AOAC, le cas échéant. Il a déploré que l'on ait proposé trois méthodes pour la détermination du remplissage du récipient et que l'une d'entre elles devrait être désignée en tant que méthode de référence.

##### Carottes en conserve

55. Les méthodes soumises sont confirmées.

##### Abricots secs

###### Détermination de la teneur en eau

56. On a examiné la question de savoir si les méthodes AOAC proposées par le Comité de produits sont des méthodes-critères ou des méthodes de référence. Selon certaines délégations la méthode utilisant une étuve et celle fondée sur la conductance électrique sont empiriques l'une et l'autre; elles doivent par conséquent être considérées comme des "méthodes-critères". D'autres délégations ont fait valoir que la méthode AOAC utilisant une étuve, qui mesure la perte de poids pendant la dessiccation, est une méthode de référence utilisée pour l'étalonnage de la méthode instrumentale. Toutefois, ces délégations ont reconnu que les méthodes AOAC comportaient des éléments propres aux "méthodes-critères" et que cette question devrait être résolue pour que les travaux puissent se poursuivre.

57. Le Comité accepte la proposition du délégué de l'Autriche tendant à modifier la définition des "méthodes-critères" et à déclarer que de telles méthodes servent également aux fins d'étalonnage (voir par. 12 et 23). L'Annexe II est révisée en conséquence. Cette mise au point au sujet des "méthodes-critères" devrait permettre de surmonter les difficultés qui surgissent parfois lorsqu'il s'agit de décider si une méthode appartient au type I ou au type II.

58. La méthode proposée par le Comité de produits pour la détermination de la teneur en eau est confirmée.

DATES

Détermination de la teneur en eau

59. On est parvenu aux mêmes conclusions que ci-dessus pour les abricots secs.

ABRICOTS EN CONSERVE

Mesure de la densité du sirop

60. De l'avis de la délégation de l'Autriche la méthode pour la détermination de la matière sèche soluble dans les cornichons (concombres) en conserve (voir par. 54) et celle pour la mesure de la densité du sirop dans les abricots en conserve devraient être harmonisées. Cette délégation se demande également pourquoi dans le cas de la première méthode aucune correction de la température n'est prévue. Le Comité invite le Comité de produits à préciser ce point.

PRODUITS A BASE DE VIANDE ET DE CHAIR DE VOLAILLE

CORNED BEEF EN BOITE, LUNCHEON MEAT ET JAMBONS CUIITS

61. La délégation des Etats-Unis a demandé si des essais interlaboratoires avaient été conduits aux fins d'établir la fiabilité des méthodes ISO proposées par le Comité de produits. Le représentant de l'ISO a informé le Comité que cette organisation avait achevé la mise au point des méthodes en cause et que les références qui figurent dans le document de travail devraient être mises à jour.

62. Au cours de la discussion on s'est demandé s'il importait, en approuvant les méthodes d'analyse proposées, que le Comité insiste à la présente session pour que lui soient communiqués les résultats des études interlaboratoires. On est convenu qu'une période de transition est nécessaire avant que de telles données soient disponibles.

Détermination du nitrite, de l'acide glutamique, du glucono-delta-lactone

63. Compte tenu du débat relatif à la communication des résultats des essais interlaboratoires (par. 42), le Comité décide de confirmer provisoirement les méthodes précitées.

GRAISSES ET HUILES

Margarine à faible teneur en matières grasses

64. Le Comité a été informé que la norme précitée serait révisée par le Comité de produits compétent. Elle fera très probablement l'objet d'un profond remaniement. Quelques délégations se sont demandé s'il convenait encore de considérer les tests biologiques comme des méthodes Codex. La délégation des Etats-Unis a fait remarquer que les tests biologiques pour la vitamine D permettaient de mesurer l'activité biologique et convenaient par conséquent comme méthodes d'étalonnage; elle a ajouté que de nombreuses méthodes chimiques ont plus d'un objectif. La délégation de la Norvège a informé le Comité de la mise au point de méthodes instrumentales de remplacement qui pourraient faire l'objet d'études interlaboratoires. Etant donné que la norme fera encore l'objet de modifications importantes, le Comité est convenu d'attirer l'attention du Comité sur les graisses et les huiles sur les difficultés qui pourraient découler de la soumission de méthodes anciennes et décide de différer l'examen des méthodes d'analyse proposées.

Huile comestible de colza à faible teneur en acide érucique

Détermination de la composition en acides gras

65. Un certain nombre de délégations ont émis l'avis qu'une méthode appropriée était nécessaire pour la détermination de l'acide érucique étant donné que la quantité de cet acide gras présente dans le produit servait précisément à le distinguer de l'huile de colza ordinaire.

66. Selon la délégation de la France la méthode UICPA mentionnée dans la norme convient à cette fin. Le représentant de la CEE a déclaré que la Communauté a mis au point une méthode pour la détermination de l'acide érucique dans les huiles et les graisses destinées à l'alimentation humaine ainsi que dans les denrées alimentaires auxquelles des huiles et des graisses ont été ajoutées. Le principe de cette méthode repose sur la séparation des

esters méthyliques des acides gras contenus dans le produit, analysés par chromatographie sur couche mince à faible température, en présence de gel de silice traité au nitrate d'argent, et sur la détermination quantitative des esters ainsi séparés par chromatographie en phase gazeuse. Cette méthode permet de doser séparément l'acide érucique en présence des différents isomères (par exemple les acides gras dans les huiles de poisson telles que les huiles de saumon ou de maquereau).

67. Le délégué de l'Australie a proposé que l'on modifie le titre de la section sur la détermination de la composition en acide gras, de manière à préciser l'objectif recherché, à savoir la détermination de la teneur en acide érucique.

68. Le Comité, notant que la Norme pour l'huile de colza à faible teneur en acide érucique a pratiquement besoin des mêmes méthodes d'analyse que celle pour l'huile de colza, décide de confirmer provisoirement les diverses méthodes proposées par le Comité de produits. Cette approbation provisoire découle du fait que le Comité de produits se propose de réviser la section sur les méthodes d'analyse confirmées pour les graisses et les huiles.

#### Huiles comestibles de coco, de palme, de palmiste, de pépins de raisin et de babassu

69. La délégation du Royaume-Uni a indiqué quelques corrections à apporter aux méthodes mentionnées dans ces normes. Pour les mêmes raisons que celles données plus haut pour l'huile de colza à faible teneur en acide érucique, le Comité décide de confirmer provisoirement les méthodes d'analyse proposées.

#### Bouillons et consommés

70. Le Comité déclare ne pas être en mesure d'examiner les méthodes proposées, en l'absence de la description des principes sur lesquels elles reposent, de la preuve qu'elles ont fait l'objet d'essais interlaboratoires et qu'elles satisfont aux critères régissant le choix des méthodes Codex établis par le Comité. La confirmation de ces méthodes est ajournée.

#### Considérations générales

71. Le Comité note que l'emploi de virgules dans le texte anglais pour marquer les milliers doit être abandonné car il peut donner lieu à des malentendus. On a déploré que quelques comités du Codex incorporaient des dispositions contenant des méthodes d'analyse à une étape si avancée de la Procédure qu'il devenait impossible aux gouvernements de formuler des observations à leur sujet. Le Secrétariat a affirmé ne pas avoir l'intention de soustraire les méthodes d'analyse aux observations et déclaré que dans de telles circonstances le Comité avait toute latitude d'ajourner une confirmation dans l'attente que les observations des gouvernements lui soient transmises. Répondant à une question, le Secrétariat rappelle au Comité qu'il a la possibilité de retirer la confirmation qu'il aurait donné à une méthode.

#### Méthode ISO/AOAC pour la détermination de l'azote dans les aliments pour nourrissons et enfants en bas âge

72. Les représentants de l'ISO et de l'AOAC ont fait savoir au Comité que leurs organisations respectives tiendraient compte de la nouvelle classification des méthodes d'analyse du Codex (qui comporte les types I, II, III et IV) en élaborant conjointement une méthode pour la détermination de l'azote <sup>1</sup>/<sub>1</sub>. Le Comité accueillera avec reconnaissance de telles recommandations conjointes qui fournissent la base sur laquelle établir les méthodes Codex.

73. Le Comité note que le mercure n'est plus utilisé comme catalyseur dans un certain nombre de pays. On est convenu que l'emploi du mercure comme catalyseur dans une méthode générale de référence Codex ne devrait pas soulever de difficultés si celle-ci est exclusivement utilisée à titre de méthode-critère. Le Comité note également que dans certains cas particuliers l'emploi des sulfates de potassium et de cuivre comme catalyseur pourrait convenir.

1/ Note du Secrétariat: Une méthode conjointe IDF/ISO/AOAC a déjà été mise au point comme méthode de référence pour la détermination de la teneur en protéines dans les caséines et les caséinates (rapport de la dix-huitième session du Comité mixte FAO/OMS d'experts gouvernementaux sur le Code de principes concernant le lait et les produits laitiers (CX 5/70-18, Annexe IX-D).

COOPERATION ET COLLABORATION ENTRE ORGANISATIONS INTERNATIONALES POUR LA MISE AU POINT DE METHODES AUX FINS DU CODEX

74. Le Comité était saisi du rapport d'une réunion interorganisations des secrétariats, tenue du 29 au 30 juin 1979.

75. Le délégué de l'ISO a informé le Comité que les représentants de plusieurs organisations internationales avaient pris part à la discussion concernant un tableau (Annexe II du rapport précité) où apparaissait une liste de méthodes devant encore être mises au point pour inclusion dans diverses normes Codex, extraites du document CX/GEN 79/1. Il s'agissait d'un compendium des méthodes d'analyse qui figurent dans les normes Codex donnant leur situation en ce qui concerne leur confirmation. Les organisations spécialisées dans la mise au point de méthodes pour des produits particuliers ont accepté de remplir les fonctions d'organisations responsables de la coordination des travaux de préparation des méthodes mentionnées à l'Annexe II du rapport précité. Par la même occasion on est convenu que l'établissement d'un ordre de priorité pour ces méthodes ne serait pas commode, aucun rapport direct n'existant entre les exigences du Codex et les travaux courants des laboratoires.

76. Le Comité reconnaît que les relations de travail entre les organisations en cause se sont intensifiées de façon satisfaisante.

77. La délégation de l'Australie se référant au document CX/GEN 79/1 et à un compendium des méthodes Codex préparés par ce pays, a émis l'avis qu'il serait peut-être nécessaire d'examiner ces documents pour déterminer quelles méthodes devraient être soit considérées par le Comité soit élaborées par les organisations internationales collaborantes. L'observateur du NMKL (Comité nordique des analystes des denrées alimentaires) a constaté avec surprise qu'aucune invitation à la présente réunion n'a été adressée à l'organisation qu'il représente et qui réunit cinq pays membres ayant institué entre eux une collaboration officielle pour l'élaboration et l'harmonisation des méthodes d'analyse des denrées alimentaires.

Autres questions

78. Le délégué de la Tchécoslovaquie a présenté un document distribué pendant la session traitant de la question du plan-type pour les méthodes d'analyse du Codex. Le Comité a remercié le délégué de la Tchécoslovaquie et décidé que le plan-type du Codex serait mis à jour à la douzième session du Comité, compte tenu de la nouvelle version du document "ISO Guide 18" établie par ISO/TC 47 - Chemistry.

79. Le représentant de la CEE a informé le Comité que la Communauté a promulgué une série de méthodes d'analyse pour les sucres destinés à la consommation humaine, le lait en boîte et les extraits de café. Ces méthodes sont considérées comme des méthodes communautaires à utiliser en toute circonstance; néanmoins, les analystes qui souhaitent, pour des raisons de commodité, employer des méthodes plus simples ont toute liberté de le faire. Ce choix ne saurait porter préjudice aux résultats que l'on obtiendrait à l'aide de la méthode officielle.

80. Répondant à une question du délégué de l'Australie concernant le déroulement des travaux du Codex en matière d'échantillonnage, le Secrétariat a déclaré que le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage devrait arrêter sans retard des principes généraux sur lesquels établir des méthodes d'échantillonnage du Codex. Des projets pourraient alors être mis au point par les comités de produits avec l'aide de ce Comité.

Activité future

81. Le Comité note qu'il aura suffisamment de travail dans les domaines de l'échantillonnage, de l'examen des méthodes d'analyse compte tenu de la nouvelle classification et de la confirmation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

Date et lieu de la prochaine session

82. Le Comité a été informé que la prochaine session aura lieu à Budapest, au cours du premier semestre de 1981.

ANNEXE I

LIST OF PARTICIPANTS  
LISTE DES PARTICIPANTS  
LISTA DE PARTICIPANTES

Chairman of the Session  
Président de la session  
Presidente de la reunión

Dr. R. LASZTITY  
University Professor  
Technical University  
Miegyetem rkp. 3  
H-1111 Budapest  
Hungary

AUSTRALIA  
AUSTRALIE

R.C. NORRIS  
Australian Government Analyst  
P.O. Box 449  
Woden ACT 2606, Australia

AUSTRIA  
AUTRICHE

H. WOJDICH  
University Professor  
Lebensmittelversuchsanstalt  
Blaasstr. 29  
Wien A-1190, Austria

E. HELLWIG  
Dipl. Ing.  
Bundesanstalt f. Lebensmittel-  
untersuchung  
Kinderspitalgasse 15  
A-1090 Wien, Austria

A.J. STEHLIK  
Bundesanstalt für Ex.pharm.u.baln.  
untersuchung  
Währingerstr. 13a  
A-1090 Wien, Austria

BELGIUM  
BELGIQUE  
BELGICA

Mrs. S. FRISZMAN  
Ministère de la Santé Publique  
14 Rue J. Wytsman  
1050 Brussels, Belgium

BRAZIL  
BRESIL  
BRASIL

E. CARVALHO  
National Institute for Food and  
Nutrition  
Av. W-3 Norte  
Quadra 510 Bloco A  
Brasilia, Brazil

CZECHOSLOVAKIA  
TCHECOSLOVAQUIE  
CHECOSLOVAQUIA

J. BARVIŘ  
Ing. State Inspection of Food Quality  
18000 Pobrezni 10  
Prague 8 - Karlín, Czechoslovakia

J. LACINY  
State Inspection of Food Quality  
18000 Pobrezni 10  
Prague 8, Czechoslovakia

D. PROCHÁZKA  
Ing., State Inspection of Food Quality  
Podjavorinsky 4  
Bratislava 80100, Czechoslovakia

CUBA

Ch. H. SANTANA MENOELL  
Ing. Agronomo, Ministerio Agriculture  
Vise Ministerio Desarrollo  
Direccion de Normalización  
Metrología y Control de la Calidad  
1a y 16 Miramar  
Plata, Habana, Cuba

DENMARK  
DANEMARK  
DINAMARCA

K. HOLCH  
Director of the Central Laboratory  
National Food Institute  
DK 2860 Søborg, Denmark

I.K. NIELSEN  
M.Sc., Chem. Eng.  
The National Food Institute  
DK 2860 Søborg, Denmark

APPENDIX I

EGYPT  
EGYPTE  
EGIPTO

L. ISKANDER HANNA  
General Manager and Vice-President of  
the Alexandria Oil and Soap Company  
P.O.B. 402  
Alexandria, Egypt

FINLAND  
FINLANDE  
FINLANDIA

Mrs. A. SUOJANEN  
Inspector of Foods, M. Sc.  
National Board of Trade and Consumer  
Interests  
Haapaniemenkatu 4B  
00530 Helsinki 53, Finland

Dr. M. RAEVUORI  
Head, Department of Food Hygiene  
State Veterinary Medical Institute  
P.O.B. 368  
00101 Helsinki 10, Finland

E. PAJUNEN  
Assistant Manager  
Finnish Food Industries Federation  
Unioninkatu 13  
00130 Helsinki 13, Finland

F. PETAJA  
Director of Customs Laboratory  
Board of Customs, Box 512  
00101 Helsinki 10, Finland

FRANCE  
FRANCIA

Mme J. CASTANG  
Inspecteur Général  
Service de la Répression des Fraudes et  
du Contrôle de la Qualité  
44 Bd de Grenelle  
75015 Paris, France

Mme C. SOULES  
Directeur Central de Laboratoire  
Service de la Répression des Fraudes  
et du Contrôle de la Qualité  
44 Bd de Grenelle  
75015 Paris, France

GERMANY, FED. REP.  
ALLEMAGNE, REP. FED.  
ALEMANIA, REP. FED.

W. KRÖNERT  
Director Prof.  
Head of Food Chemistry Division  
Thiel Allee 82-84, Postfach  
D-1000 Berlin 33, Fed. Rep. of Germany

W. FRESENIUS  
Prof. Dr. Institute FRESENIUS  
D 6204 Taunusstein,  
Neuhof, Fed. Rep. of Germany

HUNGARY  
HONGRIE  
HUNGRIA

B. BORSZÉKI  
Senior Technical Officer  
Hungarian Office for Standardization  
Üllői ut 25  
H-1450 Budapest 9, Hungary

I. OLAH  
Head of Department for Agriculture and  
Food Industry  
Hungarian Office for Standardization  
Üllői ut 25  
H-1450 Budapest 9, Hungary

I. KÖRMENDI  
Scientific Consultant  
Hungarian Meat Research Institute  
Gubacsi ut 61  
H-1017 Budapest, Hungary

K. LINDNER  
Professor of the College of Commerce  
and Catering  
Alkotmány u 9-11  
H-1054 Budapest, Hungary

K. KISMARTON  
Deputy of Section  
Hungarian Office for Standardization  
Üllői ut 25  
H-1450 Budapest, Hungary

I. KATONA  
Senior Technical Officer  
Hungarian Office for Standardization  
Üllői ut 25  
H-1450 Budapest 9, Hungary

L. HEGGYESSY  
Head of Department of Hygienic Institute  
Budapest, Hungary

APPENDIX I

HUNGARY (contd.)

D. TORLEY  
Assistant Professor  
Dépt. of Biochemistry and Food  
Technology  
Technical University  
Műegyetem rkp 3  
H-1111 Budapest, Hungary

F. ORSI  
Assistant Professor  
Technical University of Budapest  
Műegyetem rkp 3  
H-1111 Budapest, Hungary

Mrs. M. KÉGL  
Senior Technical Officer  
Hungarian Office for Standardization  
Üllői út 25  
H-1450 Budapest, Hungary

ITALY  
ITALIE  
ITALIA

G.B. QUAGLIA  
Professore, Istituto Nazionale della  
Nutrizione  
Ministero della Agricoltura  
Via XX Settembre  
00187 Roma, Italy

JAPON  
JAPON

T. HORIBA  
Technical Office Agricultural and  
Forestry Products  
Inspection Institute  
4-7 Konan-4-chome Minato-Ku  
Tokyo, Japan

NETHERLANDS  
PAYS-BAS  
PAISES BAJOS

M.J.N. OSSE  
Ministry of Agriculture and Fisheries  
Direction of Nutrition and Quality  
Affairs  
Bezuidenhoutseweg 75  
Den Haag, Netherlands

W.J. DE KOE  
Ministry of Public Health and  
Environment  
Dr. Reijersstraat 10-12  
Leidschendam, Netherlands

NETHERLANDS (contd.)

P.W. HENDRIKSE  
Analytical Chemist, Unilever Research  
Vlaardingen POB 114  
3130 AC Vlaardingen, Netherlands

H.A. OVERMARS  
Rijksinstituut voor Kwaliteitsonderzoek  
Bornsesteeg 45  
Wageningen, Netherlands

NORWAY  
NORVEGE  
NORUEGA

O.R. BRAEKKAN  
Prof., Head, Vitamin Research Institute  
Directorate of Fisheries  
P.O.B. 187  
5001 Bergen, Norway

S. NOSSEN  
Processed Fruits and Vegetable Quality  
Control Division, Ministry of Agriculture  
Gladengv. 3B  
Oslo 6, Norway

A.O. HOUGEN  
Norwegian Food Research Institute  
POB 50  
N-1432 Ås NLH, Norway

H. BLOKHUS  
Chief Inspector, Directorate of  
Fisheries Division for Inspection  
and Quality Control  
5001 Bergen, Norway

POLAND  
POLOGNE  
POLONIA

Ms. B. BROZOWSKA  
Dr., State Institute of Hygiene  
Chocimska 24  
00-791 Warsaw, Poland

Ms. E. KEDZIORA  
Ministry of Foreign Trade and Shipping  
Quality Inspection Office  
Stepinska 9  
00-957 Warsaw, Poland

Ms. E. MAJEROWICZ  
Ministry of Foreign Trade and Shipping  
Quality Inspection Office  
Stepinska 9  
00-957 Warsaw, Poland

APPENDIX I

SPAIN

ESPAGNE  
ESPAÑA

R. GARCIA FAURE

Dr. Ing., Laboratorios Regionales  
Av. Puerta de Hierro s/n  
Madrid-3, Spain

D.A. BARDON ARTAJO

Ing. Servicio Defensa Contra Fraudes  
P. Infanta Isabel 1  
Madrid, Spain

SWEDEN

SUEDE  
SUECIA

G. FUCHS

Ass. Prof., National Food Administration  
Box 622  
S-75126 Uppsala, Sweden

SWITZERLAND

SUISSE  
SUIZA

R. GERBER

Dr. Phil., Section Head  
Federal Office of Public Health  
Haslerstrasse 16  
CH-3008 Berne, Switzerland

G. FREY

Dr., Ing. Chim., Soc. d'Assistance  
Technique pour Produits Nestlé S.A.  
CH 1814 La Tour-de-Peilz, Switzerland

P. KOCH

Dr. Phil., Mat. Physicist  
Swiss Office of Metrology  
Ch-3084 Wabern/Berne, Switzerland

UNITED KINGDOM

ROYAUME-UNI  
REINO UNIDO

R. WOOD

Principal Scientific Officer  
Ministry of Agriculture, Fisheries and  
Food  
Great Westminster House  
Horseferry Road  
London SW1P 2AE, UK

R. SAWYER

Superintendent Food and Nutrition  
Laboratory of the Government Chemist  
Cornwall House  
Stamford Street  
London SE1 9NQ, UK

UNITED KINGDOM (contd.)

R.B. PLAYER

Senior Scientific Officer  
Ministry of Agriculture, Fisheries  
and Food

Great Westminster House

Horseferry Road  
London, SW1P 2AE, UK

C.D. USHER

Analytical Chemist  
Food Manufacturers' Federation Inc.  
6 Catering Street  
London WC2 B SJJ, UK

UNITED STATES OF AMERICA

ETATS-UNIS D'AMERIQUE  
ESTADOS UNIDOS DE AMERICA

W. HORWITZ

Ph.D., Deputy Associate Director for  
Sciences

Bureau of Foods, HFF-101  
Food and Drug Administration  
Washington DC 20204, USA

W. DUBERT

DVM, Acting Director of Staffs  
Technical Services  
Meat and Poultry Inspection Program  
Food Safety and Quality Service  
US Department of Agriculture  
Washington DC 20250, USA

P. KHAN

Director of Food Protection  
ITT-Continental BKG Co.  
Rye, N.Y. 10580, USA

D.C. EGBERG

Chairman Approved Methods Committee  
American Association of Cereal Chemists  
General Mills  
9000 Plymouth  
N. Mpls. NM 55427, USA

J.A. YERANSIAN

Sr. Laboratory Manager  
Analytical Chem. Laboratory  
General Foods  
Technical Center  
White Plains, New York 10625, USA

Ch. H. BROKAW

Director  
Product Integrity and Development Coca-  
Cola USA  
P.O. Drawer 1734  
Atlanta, GA 30301, USA

UNITED STATES OF AMERICA (contd.)

B. LEVY  
Ph. D., Acting Director of Mathematics and  
Statistical Division

Meat and Poultry Inspection Service  
US Department of Agriculture  
Washington DC 20250, USA

Mrs. G.E.S. COX  
Chief Executive Officer  
Cox and Cox Investments  
12006 Auth Lane  
Silver Spring, MD 20902, USA

E. ELKINS Jr.,  
Director, Chemistry Division  
National Food Processors Association  
1133 20th Street N.W.  
Washington D.C. 20036

J.S. WINBUSH  
Director, Division of Mathematics  
Food and Drug Administration  
200 C Street S.W.  
Washington D.C. 20204, USA

YUGOSLAVIA  
YUGOSLAVIE

Mrs. D. NOVIČEVIĆ  
Dipl. Ing.  
Savezni Zavod za Standardizaciju  
Beograd, Yugoslavia

Mrs. V. OZIM  
Dip. Ing., Center za Raziskovanje  
Mineralnin Vod. Dir.  
Mariboe  
Smetanova 17, Yugoslavia

V. OZIM  
Professor at the University of Maribor  
Smetanova 17 (VTS), Yugoslavia

B. GORENC  
Professor of Analytical Chemistry  
Dept. of Chemistry  
University of Ljubljana  
Murnikova 6, Yugoslavia

INTERNATIONAL ORGANIZATIONS  
ORGANISATIONS INTERNATIONALES  
ORGANIZACIONES INTERNACIONALES

AOAC (Association of Official  
Analytical Chemists)

W. HORWITZ  
Dr., Executive Director  
Editor, Official Methods of Analysis  
AOAC Box 540  
Benjamin Franklin Station  
Washington DC 20044, USA

INTERNATIONAL ORGANIZATIONS (Contd.)

EEC (Commission of the European  
Communities)

F. WOLF  
Administrateur Principal  
Législation vétérinaire et zootechnique  
Commission des Communautés Européennes  
200 Rue de la Loi  
Bruxelles, Belgium

Mlle O. DEMINE  
Administrateur  
Direction Générale du Marché Intérieur  
et des Affaires Industrielles  
200 Rue de la Loi  
Bruxelles 1030, Belgium

ISO (International Organization for  
Standardization)

J. KANIZSAY  
Chief of the Secretariat of ISO/TC 34  
and of the National Codex Committee  
Hungarian Office for Standardization  
Üllői ut 25  
H-1450 Budapest, Hungary

K.G. LINGNER  
Technical Officer  
ISO Central Secretariat  
1 rue de Varembe  
CH-1211 Geneva 20, Switzerland

G. CASTAN  
Directeur de Département, AFNOR  
Tour Europe  
92080 Paris La Défense, France

H. SCHIPPER  
Foods and Agriculture Dept.  
Nederlands Normalisatie Instituut  
Polakweg 5  
Ryjswijk TH, Netherlands

IUPAC (International Union of Pure  
and Applied Chemistry)

K. VAS  
Prof. and Director of the Central  
Food Research Institute  
Hermann Otto ut 15  
H-1022 Budapest, Hungary

APPENDIX I

INTERNATIONAL ORGANIZATIONS (contd.)

NMKL (Nordic Committee on Food  
Analysis)

O.R. BRAEKKAN  
Prof., Head, Vitamin Research Institute  
Directorate of Fisheries  
POB 187  
5001 Bergen, Norway

G. FUCHS  
Dr., The Swedish National Food  
Administration  
Box 622  
S-751 26 UPPSALA, Sweden

W. KRÖNERT  
Director Prof.  
Head of Food Chemistry Division  
Federal Health Institute  
Thiel Allee 82-84  
D-1000 Berlin 33, Fed. Rep. of Germany

W. FRESSENIUS  
Prof. Dr.  
Chem. Inst. Fresenius  
D-6204 Taunusstein  
Neuhof, Fed. Rep. of Germany

FAO/CODEX SECRETARIAT  
SECRETARIAT FAO/CODEX  
SECRETARIA FAO/CODEX

J.M. HUTCHINSON  
Food Standards Officer  
Joint FAO/WHO Food Standards Programme  
FAO  
00100 Rome, Italy

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

HUNGARIAN NATIONAL COMMITTEE OF CODEX  
COMITE NATIONAL HONGROIS DU CODEX  
COMITE NACIONAL HUNGARO DEL CODEX

K. SÜTO  
President of the Hungarian National  
Codex Committee  
Vice President of the Hungarian Office  
for Standardization  
H-1450 Budapest 9, Pf. 24, Hungary

MANDAT REVISE DU COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET  
D'ECHANTILLONNAGE ET CHANGEMENTS COROLLAIRES DANS LE MANUEL DE  
PROCEDURES, Y COMPRIS DEFINITION ET CLASSIFICATION DES  
METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

Modifications rédactionnelles du texte du mandat

- a) Définir les critères convenant aux méthodes Codex d'analyse et d'échantillonnage;
- b) Assurer la coordination entre le Codex et d'autres groupes internationaux s'occupant de méthodes d'analyse et d'échantillonnage;
- c) Indiquer, sur la base des recommandations définitives qui lui sont soumises par les autres organismes mentionnés au par. b) ci-dessus; les méthodes de référence en matière d'analyse et d'échantillonnage adaptées aux normes Codex qui sont généralement applicables à un certain nombre de produits alimentaires;
- d) Examiner, amender le cas échéant et confirmer selon qu'il convient les méthodes d'analyse et d'échantillonnage proposées par les comités Codex (s'occupant de produits), étant entendu que les méthodes d'analyse et d'échantillonnage applicables aux résidus de pesticides dans les aliments, à l'estimation de la qualité et de l'innocuité microbiologique des aliments, à l'évaluation des spécifications relatives aux additifs alimentaires ainsi que les méthodes élaborées par le Comité mixte FAO/OMS d'experts gouvernementaux sur le code de principes concernant le lait et les produits laitiers ne relèvent pas de son mandat;
- e) Elaborer des plans et des procédures d'échantillonnage, selon les besoins;
- f) Etudier les problèmes spécifiques d'échantillonnage et d'analyse que lui soumet la Commission ou l'un quelconque de ses comités.

PROJET DE TEXTE REVISE POUR LE PARAGRAPHE 13(c)(i) DU MANUEL DE PROCEDURE (p. 69-70)

(c)(i) Pratique usuelle

Sous réserve des dispositions de l'alinéa (v) ci-dessous, les comités du Codex qui prévoient des dispositions relatives à des méthodes d'analyse ou d'échantillonnage dans une norme Codex pour un produit devraient les soumettre au Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage à l'étape 4, pour garantir que l'on disposera des observations des gouvernements le plus tôt possible dans l'élaboration de la norme.

Lorsqu'il en a la possibilité, le Comité du Codex devrait transmettre pour chaque méthode d'analyse individuelle proposée au Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage des renseignements concernant la spécificité, l'exactitude, la précision (sur la répétabilité, la reproductibilité), le seuil de détection, la sensibilité, l'applicabilité et l'utilité pratique, selon le cas.

De même, lorsqu'il en a la possibilité, un comité du Codex devrait transmettre pour chaque plan d'échantillonnage au Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage des renseignements concernant la portée ou le champ d'application, le type d'échantillonnage (par exemple en grande quantité ou par unité), la taille des échantillons, les principes de décision, le détail des plans (par exemple "les courbes d'efficacité"), les déductions à tirer de la présence de lots ou de traitements, les taux de risque à accepter et toute donnée pertinente à l'appui.

Au besoin on pourra choisir d'autres critères. Les méthodes d'analyse devraient être proposées par les Comités s'occupant de produits, en consultation au besoin avec un organe compétent.

---

1/ Principale modification rédactionnelle approuvée par la Commission du Codex Alimentarius à sa douzième session.

A l'étape 4 de la procédure, les comités du Codex s'occupant de produits devraient aborder les questions suivantes et faire rapport à leur sujet au Comité du Codex sur les méthodes d'analyse:

- Dispositions des normes Codex pour lesquelles il est nécessaire d'établir une procédure analytique ou statistique;
- Dispositions pour lesquelles l'élaboration de méthodes d'analyse ou d'échantillonnage spécifiques sont nécessaires;
- Toute disposition définie par l'emploi de méthodes-critères (Type I);
- Toute proposition doit être accompagnée dans la mesure du possible d'une documentation appropriée; surtout dans le cas des méthodes provisoires (Type IV);
- Toute demande de conseil et d'assistance.

Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage devrait jouer un rôle de coordination pour les questions ayant trait à l'élaboration des méthodes d'analyse et d'échantillonnage du Codex. Le Comité promoteur est cependant responsable du franchissement des étapes de la procédure.

Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage devrait au besoin s'efforcer de confier l'élaboration des méthodes et la réalisation des études inter-laboratoires à d'autres organismes autorisés possédant des compétences techniques dans le domaine de l'analyse.

Amendements proposés aux  
PRINCIPES GENERAUX POUR L'ELABORATION DES METHODES D'ANALYSE ET  
D'ECHANTILLONNAGE DU CODEX

1. Objet des méthodes d'analyse et d'échantillonnage du Codex

Les méthodes sont avant tout des méthodes internationales pour le contrôle des dispositions des normes du Codex. Elles devraient être utilisées aux fins de référence, lors de l'étalonnage des méthodes utilisées ou introduites pour les examens de routine et les contrôles.

2. Méthodes d'analyse

(A) Définition des types de méthodes d'analyse

a) Méthodes - critères (Type I)

Définition: méthode qui définit une valeur qu'il n'est possible d'obtenir qu'aux termes de la méthode per se et servant à des fins d'étalonnage.

Exemples: méthode Howard (dénombrement des moisissures), indice de Reichert-Meissl, perte à la dessiccation, détermination du sel dans la saumure par la densité.

b) Méthodes de référence (Type II)

Définition: une méthode du type II est celle que l'on désigne comme méthode de référence, lorsque les méthodes du type I ne sont pas applicables. On devrait la choisir parmi les méthodes du type III (définies ci-après). On devrait recommander son emploi dans les cas de litige et aux fins d'étalonnage.

Exemple: méthode potentiométrique pour les halogénures.

c) Méthodes de remplacement approuvées (Type III)

Définition: les méthodes de type III répondent à tous les critères définis par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage aux fins de contrôle, d'inspection ou de réglementation.

Exemple: méthode Volhard ou méthode Mohr pour les chlorures.

d) Méthode provisoire (Type IV)

Définition: une méthode de type IV est une méthode traditionnelle ou encore une méthode d'application récente, mais pour laquelle on n'a pas encore déterminé les critères exigés par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

Exemple: détermination du chlore par fluorescence aux rayons X, estimation des colorants synthétiques dans les aliments.

(B) Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse

- a) Il convient d'accorder la préférence aux méthodes officielles d'analyse élaborées par des organisations internationales s'occupant elles-mêmes d'une denrée alimentaire ou d'un groupe de denrées alimentaires.
- b) La préférence devrait être donnée aux méthodes d'analyse dont la fiabilité a été établie compte tenu des critères suivants, choisis selon le cas:
  - i) spécificité
  - ii) exactitude
  - iii) précision: répétabilité intralaboratoire des résultats (dans un laboratoire), reproductibilité interlaboratoires des résultats (dans un laboratoire et dans plusieurs laboratoires)
  - iv) limite de détection
  - v) sensibilité
  - vi) utilité pratique et applicabilité dans des conditions normales de laboratoire
  - vii) autres critères pouvant être choisis en fonction des besoins
- c) Une méthode sera choisie en fonction de son utilité pratique, la préférence devrait être accordée aux méthodes applicables aux fins de routine.
- d) Toutes les méthodes d'analyse proposées doivent être directement appropriées à la norme Codex à laquelle elles sont destinées.
- e) Les méthodes d'analyse applicables uniformément à divers groupes de produits devraient être préférées aux méthodes qui ne sont applicables qu'à des produits individuels.

(Le texte ci-dessus est destiné à remplacer les paragraphes 1 et 2 des pages 75 et 76 du Manuel de procédure, quatrième édition).

3. Méthodes d'échantillonnage

(A mettre au point).

RAPPORT DU GROUPE DE TRAVAIL AD HOC  
SUR LES METHODES D'ECHANTILLONNAGE DU CODEX

1. A sa onzième session, le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (Budapest, 2-6 juillet 1979) a constitué un Groupe de travail ad hoc chargé d'examiner le point 6 de l'ordre du jour. Ce groupe de travail était saisi des documents CX/MAS 79/3, CX/MAS 79/4, CX/MAS 79/4 - Add. 1, CAC/RM 42-1969, ALINORM 78/23, Annexes III, II.3 et CX/MAS 77/2 - Add. 1.

2. La composition du Groupe de travail était la suivante:

Hongrie	L. Kormendy
Pays-Bas	M. Osse
Norvège	A. Hougen
Suisse	P. Koch
Royaume-Uni	R. Player (Rapporteur)
Etats-Unis d'Amérique	B. Levy (Président)
	C. Brokaw
	J. Winbush
	W. Dubbert
CEE	F. Wolf
	Mlle O. Demine
UICPA	K. Vas
FAO	L. Ladomery

3. Le représentant de la FAO a récapitulé les activités conduites depuis longtemps en matière d'échantillonnage dans le cadre du Codex Alimentarius et énuméré les nombreuses questions auxquelles il faut encore apporter une solution. Après un débat préliminaire le Groupe de travail est parvenu à la conclusion qu'il n'était pas possible dans l'immédiat de formuler des principes généraux pour la sélection de procédures Codex, et que l'on devait tout d'abord parvenir à un accord sur plusieurs questions fondamentales. Les plus importantes comprenaient notamment:

- a) Est-il vraiment nécessaire d'harmoniser à l'échelon international les principes d'échantillonnage dans le cadre du Codex? Le Groupe de travail est convenu qu'il était nécessaire de poursuivre les travaux dans ce domaine.
- b) Quel devrait être le statut des procédures Codex d'échantillonnage dans le cadre d'une norme? Le Groupe de travail est convenu que de manière analogue à ce qui a été décidé au sujet des méthodes d'analyse, on ne devrait pas considérer les plans d'échantillonnage comme des procédures "d'arbitrage" mais de "référence"; c'est-à-dire que leur application devrait être possible dans les opérations d'échantillonnage quotidiennes de routine et que tout litige devrait être examiné séparément. On a souligné la nécessité de préciser clairement le sens du terme "échantillonnage" qui, de l'avis du Groupe de travail, englobe toutes les étapes de la procédure, du prélèvement des échantillons à l'évaluation des résultats et des risques, y compris l'élément abstrait dénommé "plan d'échantillonnage" qui ne désigne qu'une procédure numérique à base statistique. Il était prévu que les débats du Groupe de travail se limiteraient exclusivement à ce dernier élément, toutefois, on s'est aperçu que les nombreuses autres étapes que comporte "l'échantillonnage" en général devraient être prises en considération et que des directives ou des recommandations à leur sujet, devraient être formulées à l'usage des autres comités avec celles concernant le secteur le plus limité des plans d'échantillonnage.
- c) Comment interpréter les dispositions de la norme fixant des limites compte tenu des résultats obtenus à l'aide des plans d'échantillonnage de référence? Le Groupe de travail note que ce problème est déjà examiné dans plusieurs documents (CX/MAS 79/4, paragraphe 17 et CX/MAS 79/4 - Add. 1, Annexe I). En raison des différences entre les législations nationales, aucun accord n'a pu être atteint;

d) Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse devrait-il être chargé de formuler des plans d'échantillonnage pour les autres comités? Le Groupe de travail estime ne pas être en mesure de formuler des plans d'échantillonnage pour des produits individuels; ce travail demande des compétences techniques et des connaissances sur le produit en cause que possède le Comité de produits compétent. Le Groupe de travail désire souligner la nécessité de maintenir une liaison entre le CCMAS et les comités de produits afin que ces derniers puissent, à l'aide de directives appropriées sous forme de critères exigés pour tous les plans d'échantillonnage, examiner et choisir eux-mêmes un plan pouvant s'appliquer à chaque cas. Les plans choisis seront ensuite examinés par le CCMAS en vue de leur confirmation. On a fait remarquer que cette procédure était légèrement différente de celle suivie dans le cas des méthodes d'analyse.

4. Lors de l'examen des documents de travail CX/MAS 79/4 et CX/MAS 79/4 - Add. 1, le Groupe de travail a désiré signaler l'utilité de ces deux documents. Il approuve de manière générale les paragraphes 44 à 49 du premier ainsi que toutes les recommandations du second, à l'exception d'une seule (page 4). Il s'agit de la recommandation 2, une unité de vues n'ayant pu se dégager sur la question de savoir si l'échantillon final doit ou non toujours se rapporter au lot dont il provient. Toutefois, les conclusions et recommandations de ces deux documents mettent en évidence de nombreuses questions qui devront être examinées lors des débats futurs sur les procédures d'échantillonnage du Codex et le Groupe de travail recommande que l'on mette à profit à l'avenir les renseignements contenus dans ces deux documents.

5. Le Groupe de travail note que la décision qu'il a prise de considérer les plans d'échantillonnage Codex comme des procédures de référence (voir par. 3b)) risque de créer une confusion lors de l'acceptation par les gouvernements de normes dans lesquelles des plans d'échantillonnage du Codex publiés antérieurement sont cités ou mentionnés par voie de référence. On ne distingue pas clairement quelles sections de ces plans sont actuellement considérées comme obligatoires: par exemple, est-on tenu dans les Plans d'échantillonnage pour les denrées alimentaires préemballées (NQA-6,5) (CAC/RM 42-1969) de respecter les rapports qui dans les deux cas existent entre le Critère d'acceptation c) et l'Effectif de l'échantillon n), ainsi qu'entre l'Effectif de l'échantillon n) et l'Importance du lot N), et qui, dans l'affirmative, devraient faire l'objet d'une acceptation ou non de la part des gouvernements? Le Groupe de travail estime que des précisions sur ce point doivent être demandées à la Commission.

6. Le Groupe de travail a examiné le mandat du CCMAS (CX/MAS 79/3) adopté par la Commission et le juge satisfaisant en ce qui concerne les questions ayant trait à l'échantillonnage. Il note cependant que le mandat tel qu'il est rédigé donne une importance égale aux méthodes d'analyse et aux méthodes d'échantillonnage, alors que des arrangements différents ont été pris pour l'examen de ces deux types de méthodes. On a estimé que pour activer les travaux dans le domaine de l'échantillonnage, une approche plus formelle que la convocation actuelle de groupes de travail ad hoc pourrait s'avérer nécessaire. Le Groupe actuel estime que l'appui fourni par les Secrétariats du CCMAS et du Codex devrait être renforcé en ce qui concerne les installations pour réunions et une distribution rapide des documents de travail pour que des progrès réels puissent être accomplis.

7. Le Groupe de travail est parvenu à la conclusion que pour être en mesure de préparer des directives générales complètes et valables à l'usage des autres comités et des gouvernements, il faudra examiner en détail chaque étape de l'échantillonnage et au besoin demander aux gouvernements et aux comités s'occupant de produits de répondre à des questions fondamentales. Ces activités futures sont exposées en détail ci-après.

#### Recommandations concernant les activités futures

8. a) Définition des termes utilisés en échantillonnage;
- b) Directives concernant les aspects administratifs du prélèvement d'échantillons;

- c) Directives sur les méthodes de prélèvement d'échantillons, de manière à garantir que l'échantillon est représentatif du lot;
- d) Directives pour un second échantillonnage en cas de litige international au sujet de la conformité avec les normes Codex, etc.;
- e) Principes généraux régissant l'établissement ou la sélection des plans d'échantillonnage Codex;
- f) Elaboration de plans d'échantillonnage à différentes fins, par exemple: échantillonnage en vrac et par unités; échantillonnage aux fins de contrôle de conformité avec des critères de qualité, tels que les défauts visuels et les critères analytiques (minimums et maximums); critères relatifs à la santé, tels que les dispositions relatives aux additifs alimentaires, aux contaminants et aux aspects nutritionnels; critères métrologiques tels que le poids net, le poids égoutté, le remplissage minimum, etc.;
- g) Révision des plans d'échantillonnage existant dans les normes Codex afin de garantir une cohérence dans l'approche;
- h) Clarification de la signification des dispositions des normes Codex en ce qui concerne les lots (à savoir: recommandation sur la manière d'établir un rapport entre les résultats d'un échantillonnage et des analyses et l'acceptation ou le refus de lots).

9. On est également convenu que les travaux énumérés de a) à e) seraient confiés au CCMAS, tandis que ceux mentionnés de f) à h) seraient entrepris par les comités de produits compétents, et exécutés en consultation avec le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

10. Au sujet du point 6 b) i) de l'ordre du jour, consacré au "Plan de probabilité modérée d'acceptation", le Groupe de travail estime le plan proposé de grande valeur technique et pratique. Un questionnaire visant à déterminer l'acceptabilité générale de ce plan, aurait dû être préparé et distribué à tous les pays membres entre la dixième et la onzième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage. Cela n'a malheureusement pas été fait et par conséquent, l'acceptabilité générale de ce plan est encore inconnue. Etant donné que ce renseignement est essentiel à une décision, le Groupe de travail recommande à nouveau que l'on prépare et distribue un questionnaire.

11. Pour l'examen du point 6b)ii) de l'ordre du jour (Plans d'échantillonnage révisés pour les denrées alimentaires préemballées (NQA-6,5)), le Groupe de travail était saisi du document de travail CX/MAS 77/2, Add.1. Après avoir examiné les quatre points soulevés dans ce document, par la délégation des Etats-Unis, les décisions suivantes ont été prises:

- a) Point 1: - le diagramme qui figure à l'Annexe III du document CAC/RM 42-1969 comporte des erreurs et doit être remplacé par une courbe correcte;
- b) Point 2: - Le Groupe de travail a éprouvé quelques difficultés à formuler des recommandations au sujet de la proposition d'amendements aux "Effectifs de l'échantillon" et "Critères d'acceptation". Les conséquences d'une diminution de l'effectif de l'échantillon ainsi que des changements corollaires du critère d'acceptation n'ont pu être calculés pendant la session par le Groupe de travail qui s'est engagé à le faire à la première occasion. Toutefois, l'opinion a prévalu que l'évaluation de toute conséquence (par exemple sur le niveau de confiance) découlant de l'application de dispositions amendées devrait être du ressort des comités de produits qui décideront si l'avantage résultant d'une réduction de l'effectif de l'échantillon contrebalance l'effet exercé sur la confiance.

- c) Point 3: - Le Groupe de travail désire souligner la prudence avec laquelle il convient de procéder lorsqu'on envisage un nouvel échantillonnage en cas de litige au sujet du résultat de l'échantillonnage initial d'un lot (voir aussi paragraphe 8 d)). En général on ne devrait pas renoncer à tenir compte des résultats de l'échantillonnage initial, car on risque de fausser certains aspects statistiques. Une nouvelle inspection et l'élimination des résultats initiaux ne devraient avoir lieu que dans le cas où une erreur fondamentale semble s'être introduite lors de la première procédure d'échantillonnage. Le Groupe de travail est parvenu à la conclusion que ce principe devrait être énoncé clairement dans les plans d'échantillonnage publiés (CAC/RM 42-1969).
- d) Point 4: - Le Groupe de travail désire souligner ce qui est déjà dit dans le document de travail, à savoir que le champ d'application des plans publiés (CAC/RM 42-1969) est limité. Il semble cependant que l'on ait à l'occasion fait usage de ces plans de manière plus générale ou dans des circonstances dépassant le domaine d'application limitée prévu. Ce fait devrait être porté sans délai à l'attention des comités de produits pour mettre fin à cet emploi manifestement abusif des plans.

12. Le Groupe de travail note que la Nouvelle-Zélande mentionne le document ISO/TC 34/WG 1 dans le document de travail. Aucun exemplaire de ce document n'étant disponible lors de la session, son examen par le Groupe a dû être renvoyé à une date ultérieure.

## ANNEXE IV

METHODE GENERALE D'ARBITRAGE POUR LE DOSAGE DES CHLORURES (CALCULES EN TANT QUE CHLORURE DE SODIUM) DANS LES ALIMENTS

## 1. PORTEE ET CHAMP D'APPLICATION

La présente méthode détermine les halogénures totaux (y compris les bromures et les iodures), exprimés en chlorure de sodium, dans les aliments.

## 2. DEFINITION

Teneur en chlorure exprimée en chlorure de sodium: concentration des halogénures exprimés en chlorure de sodium, telle que déterminée par la méthode spécifique (généralement les aliments ne contiennent pas de bromure et de iodure en quantités significatives).

## 3. PRINCIPE

Le produit est dispersé avec  $H_2O$  et acidifié; les halogénures solubles sont titrés par potentiométrie avec  $AgNO_3$ . La méthode est applicable aux doses de  $NaCl \geq 0,03\%$ . Pour des raisons de commodité dans les calculs, les poids ou volumes et la concentration des solutions sont spécifiés de manière que  $1\text{ ml } AgNO_3 = 0,1\% NaCl$ . Si l'on ne dispose pas d'une balance permettant de peser rapidement le poids spécifié, on peut utiliser un échantillon d'un poids commode et une solution normale de  $AgNO_3$ .

## 4. APPAREILLAGE

4.1 Balance: Capacité  $\geq 200\text{ g}$ , intervalle de tarage  $\geq 100\text{ g}$ , précision de la lecture  $\leq 0,01\text{ g}$ .

4.2 Electrodes: Electrode combinée à billettes d'Ag ou électrode dosant séparément l'Ag et électrode de référence en verre. Avant l'utilisation initiale et avant chaque utilisation quotidienne, si nécessaire, nettoyer l'extrémité de l'électrode à billettes d'Ag avec de la poudre à récurer ou autre produit convenable et rincer à fond avec  $H_2O$  (de l'eau chaude peut être nécessaire avec certains types d'échantillons). Nettoyer les autres électrodes comme recommandé par le fabricant. Nettoyer à nouveau aussi fréquemment que nécessaire pour empêcher le déplacement de la lecture du point d'équilibre. Avec certains échantillons, rincer périodiquement les électrodes avec  $H_2O$  et essuyer avec du tissu pour empêcher la formation d'une pellicule. Il n'est pas nécessaire de revêtir les électrodes à billettes de Ag avec  $AgCl$ .

4.3 Agitateur magnétique: Fonctionnant par l'intermédiaire d'un transformateur variable pour permettre un certain intervalle de vitesses qui, une fois fixé, reste constant.

4.4 pH-mètre: De préférence lecture directe, avec graduations de  $10\text{ mv}$  ou moins; intervalle d'au moins  $\pm 700\text{ mv}$ , par exemple type digital.

## 5. REACTIFS

Sauf indication contraire, utiliser des réactifs de qualité analytique.

5.1 Acide nitrique, dilué: (1+49). Diluer  $20\text{ ml}$  de  $HNO_3$  à  $1\text{ l}$  avec  $H_2O$ .

5.2 Solution étalon de nitrate d'argent:  $0,0856N$  Dissoudre  $14,541\text{ g}$  de  $AgNO_3$  dans  $H_2O$  et diluer à  $1\text{ l}$  dans un ballon jaugé. Normaliser comme dans 4 et ajuster à la normalité exacte spécifiée, en sorte qu'avec le poids d'échantillon indiqué  $1\text{ ml} = 0,1\% NaCl$ . Conserver dans un récipient de Pyrex à l'écart de la lumière solaire directe. La solution est stable à la lumière ambiante.

5.3 Solution étalon de chlorure de sodium:  $0,0856N$  Dissoudre dans  $H_2O$   $5,000\text{ g}$  de  $NaCl$  (si le titre est  $< 100,0\% NaCl$ , diviser  $5,000\text{ g}$  par  $\% NaCl/100$  pour obtenir le poids corrigé) préalablement séché pendant  $2\text{ h}$  à  $110^\circ$  et diluer à  $1\text{ l}$  dans un ballon jaugé.

5.4 Eau: Distillée ou déionisée et exempte d'halogène conformément à l'épreuve suivante: ajouter environ  $1\text{ ml}$  de  $AgNO_3\ 0,1N$  et  $5\text{ ml}$  de  $HNO_3\ (1+4)$  à  $100\text{ ml}$  de  $H_2O$ . Il ne doit pas y avoir plus d'un léger trouble.

## 6. MODE OPERATOIRE

6.1 Préparation de la solution titrée

Introduire à l'aide d'une pipette  $25\text{ ml}$  de solution étalon de  $NaCl$  dans un bécher de  $250\text{ ml}$ ,

diluer avec  $H_2O$  jusqu'à environ 50 ml et ajouter 50 ml de  $HNO_3$  (5.1). Insérer les électrodes, mettre en marche l'agitateur magnétique et remuer tout au long du titrage, à vitesse constante, vigoureusement et sans éclabousser. Titrer avec la solution étalon de  $AgNO_3$  (5.2) en ajustant les additions successives au rythme de modification du voltage, de façon à pouvoir préparer une représentation graphique précise de mv en fonction de ml de solution de  $AgNO_3$ . Ajouter le total des 50 ml de la solution de  $AgNO_3$  de façon à obtenir la courbe complète.

Déterminer le point d'inflexion en tirant deux lignes droites inclinées à  $45^\circ$  par rapport aux axes et tangentes à la courbe de titrage aux deux points de courbure maximum. Le point d'inflexion se trouve à l'intersection de la courbe de titrage avec une ligne tirée parallèlement aux deux autres lignes et à mi-chemin entre elles. A partir du volume de solution de  $AgNO_3$  utilisé, calculer la normalité et ajuster à 0,0856 mol/l. Vérifier le titre de temps à autre. Utiliser le point d'inflexion comme indication du virage dans le titrage des échantillons. Contrôler à nouveau de temps à autre le potentiel au point d'équilibre et refaire la détermination lorsque l'on remplace, soit une électrode isolée, soit l'électrode combinée à billettes, soit le pH-mètre au moment de la préparation d'une nouvelle courbe de titrage.

Pour obtenir une précision maximum lorsque l'on effectue une série de déterminations sur le même produit alimentaire, déterminer et utiliser le point d'équilibre donné par la courbe de titrage de cet aliment plutôt que d'utiliser le point d'équilibre obtenu avec la solution étalon de NaCl.

## 6.2 Préparation de l'échantillon

6.2.1 Liquides limpides à faible viscosité: (jus de fruit, soupes claires, vins, etc.). Utiliser le produit tel quel.

6.2.2 Produits finement broyés: (jus de tomate, ketchup de tomate, purée de légumes, etc.). Secouer énergiquement le récipient avant ouverture pour incorporer tout sédiment. Transvaser la totalité du contenu dans un grand récipient de verre ou de porcelaine et mélanger à fond en continuant à remuer pendant au moins une minute. Transférer dans un récipient à bouchon de verre et secouer ou agiter énergiquement chaque fois que l'on s'apprête à prélever une portion pour analyse.

6.2.3 Méthode générale applicable aux aliments hétérogènes (poisson, viande, etc.), aux aliments à faible teneur en humidité (produits céréaliers, etc.) et aux aliments difficiles à disperser et homogènes (fromage, beurre de cacahuète, etc.): Peser 50,0 g de l'échantillon et les transférer dans le conteneur de 1 l (quart de gallon) d'un mélangeur tournant à grande vitesse et ajouter 450 g de  $H_2O$ . Couvrir, mettre en marche le mélangeur à faible vitesse en utilisant un transformateur variable pour la dispersion initiale, puis mélanger à fond à grande vitesse (1 à 2 minutes suffisent en général). L'équivalent de 5 g d'échantillon sera commodément distribué par une pipette de 50 ml dont on aura coupé l'extrémité. Mélanger à fond la suspension d'échantillon immédiatement avant de prélever avec une pipette la portion destinée à l'analyse, en sorte que les substances solides soient en suspension uniforme.

6.2.4 Autres types d'aliments: Préparer l'échantillon par la méthode 6.2.1, 6.2.2 ou 6.2.3 ou autre méthode convenable.

Pour conserver les échantillons ou suspensions d'échantillons pour une analyse future, ajouter environ 0,5 ml de solution de HCHO à 37% par 100 g d'échantillon ou de suspension d'échantillon, bien mélanger et conserver à température ambiante. Corriger pour la dilution avec la solution de HCHO en multipliant % NaCl par 1,005.

## 6.3 Dosage

6.3.1 Pour les produits contenant moins de 5 pour cent de sel: Placer 5,00 g (ou 5,00 ml si la concentration doit être exprimée sur une base p/v) de l'échantillon conforme à 6.2.1 ou 6.2.2, ou de l'échantillon de 50,0 g conforme à 6.2.3, dans un bécher taré de 250 ml; ajouter  $H_2O$  jusqu'à environ 50 ml si l'on utilise un échantillon conforme à 6.2.1 ou 6.2.2. (Utiliser de l'eau bouillante avec les échantillons de produits tels que le beurre, pour fondre la graisse). Ajouter 50 ml de  $HNO_3$  (5.1). Titrer comme dans 6.1 en utilisant une burette de 10 ml si la teneur en sel est  $\leq 1\%$ .

Le nombre de ml de réactif utilisé est égal à  $V_0$ .

6.3.2 Pour les produits contenant 5% ou plus de sel: Placer 5,00 g (ou 5,00 ml si la concentration doit être exprimée sur une base p/v) de l'échantillon conforme à 6.2.1 ou 6.2.2 dans un ballon jaugé de 100 ml et étendre jusqu'à ce volume avec  $H_2O$ . Mélanger et transférer une portion contenant de 50 à 250 mg de NaCl dans un bécher de 250 ml. Si l'échantillon est préparé conformément à 6.2.3, transférer la portion prélevée et pesée contenant 50-250 mg de NaCl dans un bécher taré de 250 ml. Procéder comme dans 6.1 en commençant à ".... diluer jusqu'à environ 50 ml avec de l'eau ...."

Le nombre de ml de réactif utilisé est égal à  $V_1$ .

6.3.3 Cas général: Peser avec précision un échantillon d'un poids correspondant approximativement au poids indiqué. (Si % NaCl  $\geq 5\%$ , peser  $< 5g$  d'échantillon plutôt que de diluer à 100 ml, si la chose est plus commode). Utiliser une solution de  $AgNO_3$  à environ 0,1 mol/l, titrer avec précision comme dans 6.1 sans ajuster à la normalité spécifique, et titrer comme dans 6.1.

Le nombre de ml de réactif utilisé est égal à  $V_2$ .

Si l'échantillon est titré par excès, ajouter de la solution étalon de NaCl et compléter le titrage. Corriger pour le volume de solution étalon ajoutée.

## 7. EXPRESSION DES RESULTATS

### 7.1 Formules et méthode de calcul

La teneur en chlorure, exprimée en grammes de chlorure de sodium dans 100 g d'échantillon se calcule comme suit:

7.1.1  $V_0/10$  dans le cas des produits contenant moins de 5% de sel (6.3.1)

7.1.2  $(V_1 \times F)/10$  dans le cas des produits contenant 5% ou plus de sel (6.3.2)

7.1.3  $(V_2 \times n \times 0,05844 \times 100)/g$  pour le cas général (6.3.3)

où:

$V_0$  correspond au nombre de ml de  $AgNO_3$  0,0856 mol/l utilisé dans le dosage 6.3.1;

$V_1$  correspond au nombre de ml de  $AgNO_3$  0,0856 mol/l utilisé dans le dosage 6.3.2;

F est le coefficient de dilution utilisé dans le dosage 6.3.2 et correspond à 100/ml de portion titrée si l'échantillon est préparé conformément à 6.2.1 ou 6.2.2 ou à 50 g de portion titrée s'il est préparé conformément à 6.2.3;

$V_2$  correspond au nombre de ml de  $AgNO_3$  utilisé dans le dosage 6.3.3;

n correspond à la concentration en mol/l de  $AgNO_3$  dans le dosage 6.3.3;

g correspond au poids de l'échantillon utilisé dans le dosage 6.3.3.

### 7.2 Répétabilité

La différence (r) en g par 100 g d'échantillon entre les résultats de deux dosages effectués simultanément ou rapidement l'un après l'autre sur le même échantillon par le même analyste dans les mêmes conditions ne doit pas excéder  $9,37 \times 10^{-3} \text{NaCl} + 1,78 \times 10^{-3}$  lorsque NaCl correspond à la moyenne des deux dosages exprimée en grammes par 100 g d'échantillon (voir note 9.1).

### 7.3 Reproductibilité

La différence (R) en grammes par 100 g d'échantillon entre les résultats de deux dosages effectués sur le même échantillon dans des laboratoires différents par des analystes différents ne doit pas excéder  $1,68 \times 10^{-2} \text{NaCl} + 1,48 \times 10^{-2}$  lorsque NaCl représente la moyenne des deux dosages exprimée en grammes par 100 g d'échantillon (voir note 9.1).

## 8. REFERENCES

8.1 Cette méthode a fait l'objet d'essais interlaboratoires; les résultats de ces essais sont publiés dans JAOAC 1971 54, 471 et JAOAC 1974, 57, 1209.

## 9. NOTE

9.1 Les critères de répétabilité et de reproductibilité ont été calculés d'après les résultats d'essais interlaboratoires (8.1) conformément à la procédure appropriée décrite dans ISO 5725. Ces critères doivent être utilisés exclusivement à titre de directives; il est nécessaire de procéder à de nombreuses analyses et d'effectuer des essais de manière permanente pour garantir que les laboratoires donnent des garanties de répétabilité et de reproductibilité correspondant au minimum à celles décrites aux sections 7.2 et 7.3.

Situation de la confirmation des méthodes d'analyse

Eau minérale naturelle (Voir Appendice I)		Type
3.1.1	Sels dissous totaux	confirmée provisoirement I
3.1.2	Résidu sec	confirmée provisoirement IV
3.1.3		
3.1.4		
3.1.5	Somme des anions et des cations	confirmée provisoirement IV
3.1.6		mais voir par. (50 )
3.2	Gaz carbonique libre	confirmée provisoirement IV
		mais voir par. (47)
3.3.1	Matière organique totale	confirmée provisoirement I
3.3.2	Composé phénoliques	voir par. ( 47 )
3.3.3	Agents tensio-actifs	voir par. ( 47 )
3.3.4	Pesticides et diphényles polychlorés	voir par. ( 47 )
3.3.5	Huile minérale	voir par. ( 47 )
3.3.6	Hydrocarbures aromatiques polycycliques	voir par. ( 47 )
3.3.7	Activité Ra et activité bêta totale	confirmée provisoirement IV
<u>Denrées surgelées</u>		
<u>Projet de norme pour les choux de Bruxelles surgelés</u>		
8.2	Méthode de décongélation	confirmée
8.3	Méthode de cuisson	confirmée
8.4	Détermination du poids net	confirmée I
<u>Projet de norme pour les haricots verts et les haricots beurre surgelés</u>		
8.5	Détermination des fils durs	confirmée I
<u>Projet de norme pour les carottes surgelées</u>		
8.4.2	Impuretés minérales	confirmée I
<u>Normes recommandées pour les épinards surgelés</u>		
8.1	Echantillonnage	confirmation différée
8.2	Méthode de décongélation	confirmée
8.3	Détermination du poids net	confirmée I
8.4	Détermination du résidu sec exempt de sel	confirmée I
	Amendement rédactionnel à 8.4.1	
	remplacer le mot "sur" par "en présence de"	
	Amendement rédactionnel à 8.4.2	
	ajouter la référence 32.048 A 12e édition AOAC 1975	
8.5	Détermination des impuretés minérales amendement rédactionnel: unités SI	confirmée I

Fruits et légumes traités

Type

Projet de norme pour les cornichons (concombres en conserve)

9.2.1	Extrait sec soluble Amendements rédactionnels: ajouter corrigé à 20°C. Mettre à jour les références AOAC	confirmée	I
9.2.2	Sel (NaCl) Attention du comité attirée sur la méthode générale du Codex	confirmée	I
9.2.3	Acidité totale	confirmée	I
9.2.4	Impuretés minérales	confirmée	I
9.2.5	Capacité en eau des récipients	confirmée	II
9.2.6	Capacité en eau des récipients voir par. ( 54 ) sur le besoin de trois méthodes	confirmée	II

Projet de norme pour les carottes en conserve

8.2	Détermination du poids égoutté	confirmée	I
8.3	Détermination de la capacité en eau des récipients	confirmée	II

Projet de norme pour les abricots secs

8.2.1	Teneur en eau  Amendement rédactionnel à la méthode instrumentale à ajouter en note de bas de page	Méthode utilisant une étuve confirmée (par. 56-58)  confirmé	I
8.2.2	Anhydride sulfureux	confirmée	III
8.2.3	Fruits brisés, etc.	confirmée	I

Projet de norme pour les dates

8.1	Echantillonnage	confirmation ajournée	
8.2.1.1	Teneur en eau	confirmée	I
8.2.1.2	Teneur en eau (Méthode instrumentale en note de bas de page)	confirmée	I
8.2.2	Défauts spécifiques	confirmée	I

Projet de norme pour les pistaches non décortiquées

8.1	Echantillonnage	confirmation ajournée	
8.2.1	Teneur en eau	confirmée	I
8.2.2	Défauts spécifiques	confirmée	I
8.2.3	Classification par calibre	confirmée	I

Projet de norme pour les abricots en conserve

8.2	Détermination du poids égoutté	confirmée	I
8.3	Mesure de la densité du sirop	confirmée	I

	Type
<u>Produits à base de viande et de chair de volaille</u>	
<u>Corned beef en boîte</u>	
7.2 Nitrite	confirmée provisoirement voir par. ( 61 ) IV
<u>Luncheon Meat</u>	
7.2 Nitrite	confirmée provisoirement voir par. ( 63 ) IV
7.6 Acide glutamique	confirmée provisoirement voir par. ( 63 ) IV
7.8 Glucono-delta-lactone	
<u>Jambon cuit</u>	
7.8 Acide glutamique	confirmé provisoirement voir par. ( 63 ) IV
<u>Graisses et huiles</u>	
<u>Projet de norme pour la margarine à faible teneur en matière grasse</u>	
Toutes les méthodes	confirmations différées par. ( 64 )
<u>Projet de norme pour l'huile comestible de colza à faible teneur en acide érucique</u>	
Toutes les méthodes	confirmées provisoirement par. ( 65 - 68 )
<u>Projet de norme pour l'huile comestible de coco</u>	
8.1 Densité relative	confirmée provisoirement
8.6 Indice de Reichert et Polenske Autres méthodes	confirmée provisoirement confirmées provisoirement
<u>Projet de norme pour l'huile comestible de palme</u>	
8.1 Densité relative à 50°C	confirmation provisoire
8.9 Détermination des caroténoïdes Autres méthodes	confirmée provisoirement confirmées provisoirement
<u>Projet de norme pour l'huile comestible de palmiste, de pépins de raisin et de babassu</u>	
Toutes les méthodes	confirmées provisoirement
<u>Projet de norme pour les bouillons et consommés</u>	
Toutes les méthodes	confirmation ajournée voir par. ( 70 )

3. METHODES D'ECHANTILLONNAGE ET D'ANALYSE PROPOSEES POUR LES EAUX MINERALES

D

3.1 Substances solides dissoutes totales (sels) (alinéa 7.1.1 de la norme)

3.1.1 Principe: les différents constituants subissent des modifications importantes au cours de l'évaporation. Cela est notamment le cas des bicarbonates alcalinoterreux qui se transforment partiellement ou intégralement en carbonates et en gaz carbonique libre (une déperdition de 20 à 30 pour cent est chose courante). Toutefois, il est assez facile de tenir compte de cette modification par le calcul. Même si ce procédé ne garantit pas une exactitude parfaite (étant donné que d'autres substances subissent également des altérations), il offre la possibilité d'une simplification.

3.1.2 Le mode opératoire est relativement simple:

- (i) détermination du résidu sec (évaporation de 100 ml d'eau et dessiccation à 240° C pour les eaux sulfatées calciques, ou à 18° C pour les autres);
- (ii) détermination de l'alcalinité ( $H CO_3^-$ );
- (iii) à partir de ces valeurs, calculer comme suit les bicarbonates décomposés:  
substances solides dissoutes totales = résidu sec +  $\frac{HCO_3^-(mg/l)}{2}$   
(mg/l) (mg/l)

(Référence: Handb. Lebesm. Chem. 1969).

3.1.5 Par ailleurs, même une analyse abrégée comporte la détermination de neufs constituants au moins (sodium, potassium, magnésium, calcium, strontium, chlorures, sulfates, bicarbonates, acide silicique). Selon la nature de l'eau minérale, il peut être nécessaire de déterminer les constituants rares comme le lithium, le fer, les bromures, les iodures, l'acide borique, etc. présents en quantités supérieures à 1 mg/kg.

3.1.6.1 Dosage des cations

A. Cations normaux

\* a) Ammonium: Dosage par photométrie directe ou après distillation de  $NH_3$  en présence de  $Na_2CO_3$  à l'aide du réactif de Nessler ou d'Indophénol (Schweitz. Lebensmittelbuch, DEV)  
Sensibilité: environ 5 microgrammes par litre.

\* b) Lithium  
SAA ou spectrométrie d'émission avec une flamme acétylène/air.

La présence de grandes quantités de sodium (principalement à l'état de chlorure) gêne le dosage. La plus grande partie du chlorure de sodium doit être précipitée à l'aide d'acide chlorhydrique et d'alcool. Le lithium reste en solution.

\* c) Sodium  
SAA ou spectrométrie d'émission.

\* d) Potassium

- i) Procéder comme pour le lithium et le sodium
- ii) Analyse gravimétrique à l'état de tétraphénylborate de potassium (P. Raff et W. Brotz, Z. für analyt. Chemie, 133, 241, 1951).

\* e) Magnésium  
SAA

\* f) Calcium  
SAA

(Robinson J.W. - Atomic Absorption, London, 1966)

D = Méthode-critère

\* = Ne fait pas l'objet d'une disposition dans la norme

\* g) Strontium

SAA

h) Fer

Ion  $Fe^{++}$  en utilisant du 2,2' - dipyridyle. Lorsque  $Fe^{++}$  et  $Fe^{+++}$  sont tous deux présents, mettre ce dernier en solution en utilisant un acide et le transformer en  $Fe^{++}$  avec de l'acide ascorbique.

(Fresenius et Schneider, Z. Analyt. Chem. 209, 340, 1965, HLCh)

i) Manganèse

Détermination photométrique à l'état de permanganate (oxydation de  $Mn^{++}$  en  $MnO_4^-$  à l'aide de persulfate)

(Gottschalk, Z. Analyt. Chem. 212, 303, 1965)

\* j) Aluminium

Dosage photométrique à l'aide d'aluminon (Aurine-tricarboxylate d'ammonium)

(G. Giebler, Z. Anal. Chem. 184, 401, 1961, HLCh)

B. Métaux lourds pour lesquels une limite est fixée par la norme.

a) Plomb

i) SAA

ii) Voltamétrie à entraînement par impulsions différentielles (Differential pulse stripping voltametry).

(Réf.: O. Klahre, P. Valenta et W. Nürnberg "Vorm Wasser" 51, 199-219, 1978).

b) Cuivre

i) SAA

ii) Même méthode que pour le plomb (P. Klahre)

c) Manganèse (voir 3.1.6.1.A.i))

d) Zinc

i) SAA

ii) Même méthode que pour le plomb (P. Klahre)

e) Cadmium

i) Extraction du dithizonate de cadmium à l'aide de chloroforme et détermination par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme.

(Handbuch Spurenanal. 1974)

ii) Même méthode que pour le plomb (P. Klahre)

f) Baryum

SAA

g) Chrome

( $3^+$  et  $6^+$ ) (Méthode provisoire), voir 1)

Dosage photométrique à la diphenylcarbazide  
(ASTM 1973, Handb. Lebensm, Chem. 1969 DEV)

---

1) La disposition de la norme ne mentionne que  $Cr^{6+}$

h) Mercuré

Absorption atomique de vapeur froide après enrichissement.

N.B. L'Hg de l'atmosphère gêne le dosage et doit être incorporé.

3.1.6.2 Dosage des anions

a) Chlorures

i) Dosage par potentiométrie avec  $\text{AgNO}_3$  (Méthode générale Codex)  
(ALINORM 76/23, annexe IV)

ii) Dosage par titrimétrie en utilisant  $\text{HgNO}_3$  (DEV)

Note: Les méthodes (i) et (ii) permettent l'une et l'autre de déterminer les ions bromure et iodure et doivent être corrigées en conséquence.

b) Bromures

Dosage par iodométrie selon la méthode de Höfer (cette méthode permet de déterminer les bromures et les iodures séparément)

(P. Höfer, Gesundheitsingenieur, 74, 224, 1953)

c) Iodures

i) Comme sous (b) ci-dessus

ii) Dosage par iodométrie après oxydation en présence de brome  
(P. Höfer, Gesundheitsingenieur, 72, 277, 1951)

d) Fluorures

i) Méthode de l'électrode iono-sélective

(Annual Book of ASTM Standards, 1973 et Camman K., Das Arbeiten mit ionenselektiven Elektroden; Springer Verlag, 1973)

ii) Dosage par photométrie

(E. Quentin, A. Rosopulo: Lanthan Alizarin Komplexen, Z. Anal. Chemie 241 (1968), 241-250, Handb. Lebensm. Chem. 1969)

e) Sulfates

Dosage par gravimétrie en présence de  $\text{BaSO}_4$  (DEV, HLCh)

f) Carbonates et bicarbonates

Titrer en présence de  $\text{HCl}$  à pH 8,3 puis titrer à pH 4,4.  
AOAC, 1970, XI, 33.017

g) Acide silicique ( $\text{SiO}_2$ )

AOAC, 1970, XI, 33.018

h) Nitrates

Dosage par photométrie:

i) à l'aide de xylénol 1,2,6 (DEV)

ii) à l'aide de salicylate de sodium (HLCh)

i) Nitrites

Dosage par photométrie:

i) à l'aide de sulfanilamide et de N-(1-naphtyl) éthylènediamine (DEV)

ii) à l'aide d'alpha-naphtylamine (HLCh)

j) Cyanures

Dosage par photométrie:  
à l'aide de pyridine-acide barbiturique (DEV)

k) Sulfures

Dosage par photométrie:  
Méthode au bleu d'éthylène (à l'aide de la p.aminodiéthylaniline) (HLCh)

l) Borates (acide borique)

Dosage par photométrie:  
à l'aide de dianthrimide-1,1'  
(Handb. Superenanal., 1974, HLCh)

\* m) Hydrogénéosphates

Dosage par photométrie: procéder à l'extraction du bleu de phosphomolybdène avec un solvant organique avant d'effectuer la détermination photométrique. (DEV)

n) Hydrogéoarséniate (arsenic)

i) Détermination par absorption atomique sans flamme en présence de borohydrate de sodium (M. Dujmovic, C-I-T-Fachzeitschr. f.d. Laboratorium, 4 April 1976, 336)

ii) Dosage par photométrie après réduction à l'état de  $AsH_3$  à l'aide de diéthyl-dithiocarbamate d'argent. (Fresenius et Schneider, Z. Analyt. Chem. 203, 417, 1964)

o) Sélénium

Détermination par absorption atomique sans flamme  
(L. Henn: Analyt. Chem. 47, 1975, 428-432; D. Dujmovic: comme pour l'arsenic)

3.2 Gaz carbonique libre (alinéa 7.1.1 de la norme)

Le gaz carbonique libre peut être calculé en faisant la différence entre la teneur totale en gaz carbonique et le gaz carbonique provenant des carbonates et bicarbonates:

i) La teneur totale en gaz carbonique se détermine par titrage en retour après addition d'un excès d'hydroxyde de sodium.

ii) En cas de petites quantités, le titrage direct à l'hydroxyde de sodium (pH 8,3) est possible.

3.3 Autres substances pour lesquelles des limites sont fixées dans la norme

Il faudrait indiquer la sensibilité des méthodes 3.3.1 à 3.3.6 ci-après, afin de pouvoir les utiliser pour vérifier les limites fixées dans la norme pour ces substances.

D 3.3.1 a) Matières organiques (par. 3.2 de la norme)

Méthode au  $KMnO_4$  (DEV, HLCh)

D 3.3.2 Composés phénoliques: (Le Comité du Codex sur les additifs alimentaires devra aussi examiner cette méthode).

Détermination par photométrie après distillation et réaction avec de l'antipyrine amino-4 en présence de ferricyanure de potassium (HLCh, ASTM).

D 3.3.3 Agents tensio-actifs: (Le Comité du Codex sur les additifs alimentaires devra également examiner cette méthode)

i) Agents anioniques

Dosage par photométrie à l'aide de bleu de méthylène (DEV, ASTM, HLCh)

ii) Agents cationiques

Détermination par photométrie à l'aide de bleu de bromophénol (DEV)

iii) Agents non ioniques (R. Wickbold: Tenside, Detergents, 10 (1973), 179-182; W. Leithe: Die Analyse der organischen Verunreinigungen in Trink-Brauch und Abwässern; Wissenschaftl. Verlags, GmbH, Stuttgart (1972)).

D 3.3.4 Pesticides et biphényles polychlorés: (Le Comité du Codex sur les résidus de pesticides devra aussi examiner cette méthode).

i) Chaque pesticide organochloré fait l'objet d'une détermination quantitative; après extraction à l'hexane et purification sur colonne chromatographique, procéder à l'analyse par chromatographie en phase gazeuse à l'aide d'un détecteur à capteur d'électron. (Weil L., Quentin K.E.; Zur Analytik der Pesticide im Wasser, VIII. Wasser und Abwasserforschung 7, (1974) 147-152).

ii) Biphényles polychlorés (PCBs)

Détermination par chromatographie en phase gazeuse (Schulte E., Acker L., Z. Analyt. Chem. 268 (1974), 260-267).

D 3.3.5 Huile minérale: (Le Comité du Codex sur les additifs alimentaires devra également examiner cette méthode).

Détermination par chromatographie en phase gazeuse. (Normes internationales pour l'eau de boisson, troisième édition, 1971, tableau 3, page 38) qui se réfère à L.R. Beynon, R. Kashnitz et G.W.A. Lijnden, 1968: Methods for the analysis of oil in water and soil; (The Hague, Stichting, Concave).

D 3.3.6 Hydrocarbures aromatiques polycycliques (PAH): (Le Comité du Codex sur les additifs alimentaires devra aussi examiner cette méthode).

Extraction à l'aide d'un solvant organique, séparation par CCM et mesure de la fluorescence de chaque PAH. (DEV, pré tirage dans "Vom Wasser", 47, 1976, verlag Chemie (Weinheim). Woidich, H. et al. Chromatographia 10, 1977, No.3, 140-146; Lebensm. Chemie und gerichtliche Chemie, 30, 1976, 8, 141-160).

3.3.7 Activité du 226 Ra et activité bêta totale: (Cette méthode devra aussi être examinée par le Comité du Codex sur les additifs alimentaires, et contrôlée par l'AIEA)

i) 226 Ra; (a) Méthode OMS I, Méthodes d'analyses radiochimiques, OMS 1966, page 117). (La méthode OMS II n'est pas spécifique pour le 226 Ra); (b)

ii) Activité bêta totale (à l'exception de  $^{40}\text{K}$  et  $^3\text{H}$ );

a) Examen radiologique, par

N.T. Mitchell, Section 3.2,  
Gross beta activity, in Water Analysis for Water Pollution Control, edit. by M.J. Smess, WHO, Publisher: Pergamon Press, Oxford (1980);

b)(DEV, HLCh)

#### BIBLIOGRAPHIE

- 1) Annual Book of ASTM Standards, 1973, Part 23. Water, atmospheric analysis. American Soc. for Testing and Materials. 1916 Race St., Philadelphia, Pa. 19103.
- 2) Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-Abwasser-und Schlammuntersuch (DEV, 1975). Herausgeben von der Fachgruppe Wasserchemie der Gesellschaft Deutscher Chemiker 7 Lieferung (1975) Verlag Chemie, Weinheim.
- 3) Handbuch der Lebensmittelchemie (Gesamtred: J. Schormüller), Band VIII, Teil 1 und 2, Wasser und Luft (S.W. Souci and K.E. Quentin), Springer-Verlag, 1969.
- 4) Handbuch der Spurenanalyse (O.E. Koch - G.A. Koch - Dedic,) Springer-Verlag, 1974.
- 5) Hermann, R., Flammenphotometrie, Springer, Berlin, 1969.
- 6) Höll, K., Wasser, Untersuchung und Beurteilung. 2 Aufl, de Gruyter, Berlin, 1958.
- 7) Normes internationales pour l'eau de boisson, 2ème éd., 1963 et 3ème éd., 1971, OMS, Genève.
- 8) Méthodes d'analyses radiochimiques, publiées sous les auspices de la FAO, de l'OMS, OMS 1966.
- 9) Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists (11th Ed., 1970), AOAC, P.O. Box 540, Benjamin Roosevelt Station, Washington, D.C. 20044.
- 10) Robinson, J.W., Atomic Absorption, London, 1966.
- 11) Schweizerisches Lebensmittelbuch. Methoden für die Untersuchung und Beurteilung von Lebensmitteln und Gebrauchsgegenständen. 4 Auflage, Bern, 1967.
- 12) Welz, B., Atom-absorptions Spektroskopie. Verlag Chemie (Weinheim), 1972.