



PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

Quarantième session

Budapest, Hongrie, 27 - 31 mai 2019

CONFIRMATION DES DISPOSITIONS RELATIVES AUX MÉTHODES D'ANALYSE ET PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE FIGURANT DANS LES NORMES CODEX

1. Le présent document décrit les méthodes d'analyse (Annexes I, II et III) proposées par les Comités suivants:

- Comité sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime (méthodes d'analyse pour les préparations destinées aux nourrissons et les préparations données à des fins médicales spéciales aux nourrissons);
- Comité sur les épices et les herbes culinaires (méthodes d'analyse pour les diverses épices et herbes culinaires) ; et
- Comité sur les graisses et les huiles (méthodes d'analyse pour les huiles végétales portant un nom spécifique).

COMITÉ DU CODEX SUR LA NUTRITION ET LES ALIMENTS DIÉTÉTIQUES OU DE RÉGIME (CCNFSDU40)

Méthodes d'analyse pour les dispositions de la Norme pour les préparations destinées aux nourrissons et les préparations données à des fins médicales spéciales aux nourrissons (CXS 72-1981)¹

2. Le Comité est convenu de soumettre les méthodes pour la vitamine K, l'acide folique et neufs sels minéraux et oligo-éléments au Comité du Codex pour les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) pour leur validation et leur incorporation dans les *Méthodes d'analyse et d'échantillonnage recommandées* (CXS 234-1999) ; et demander au CCMAS de saisir à nouveau ou révoquer les méthodes existantes correspondantes dans la norme CXS 234-1999.

3. Le Comité **est invité à confirmer** les méthodes d'analyse et d'examiner la saisie consécutive ou la révocation des méthodes existantes dans l'Annexe I.

COMITÉ SUR LES ÉPICES ET LES HERBES CULINAIRES (CCSCH4)

Méthodes d'analyse pour les dispositions dans les avant-projets de normes pour l'ail séché ou déshydraté, origan séché, racines, rhizomes et bulbes séchés - gingembre séché ou déshydraté, basilic séché, parties florales séchées – clous de girofle séchés et safran.²

4. Le Comité **est invité à confirmer** les méthodes d'analyse de l'Annexe II.

COMITÉ SUR LES GRAISSES ET LES HUILES (CCFO26)

Méthodes d'analyse pour l'indice d'acide et les acides gras libres pour l'huile de palme vierge et l'huile de palmiste brute³

5. Le Comité **est invité à confirmer** les méthodes d'analyse de l'Annexe III.

¹ REP19/NFSDU, par. 156 et Annexe IX

² REP19/SCH, par. 30, 39, 47, 66, 88, 95 et Annexes II, III, IV, V, VI VII

³ REP19/FO, par. 67 (ii), Annexe IV, partie A

Annexe I

Produit	Apport	Méthode	Principe	Type proposé
	Calcium	AOAC 2015.06 / ISO 21424 FIL 243	Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif	II
		ISO 8070 FIL 119	Spectrophotométrie d'absorption atomique par la flamme	# III
		AOAC 985.35	Spectrométrie d'absorption atomique par la flamme	III
	Cuivre	AOAC 2015.06 / ISO 21424 FIL 243	Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif	II
		AOAC 985.35	Spectrophotométrie d'absorption atomique par la flamme	# III
		AOAC 984.27	Spectroscopie d'émission à plasma à couplage inductif	###
	Fer	AOAC 2015.06 / ISO 21424 FIL 243	Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif	II
		AOAC 985.35	Spectrométrie d'absorption atomique par la flamme	III
		AOAC 984.27	Spectroscopie d'émission à plasma à couplage inductif	###
	Magnésium	AOAC 2015.06 / ISO 21424 FIL 243	Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif	II
		ISO 8070 FIL 119	Spectrophotométrie d'absorption atomique par la flamme	# III
		AOAC 985.35	Spectrométrie d'absorption atomique par la flamme	III
	Manganèse	AOAC 2015.06 / ISO 21424 FIL 243	Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif	II
		AOAC 985.35	Spectrométrie d'absorption atomique par la flamme	# III
		AOAC 984.27	Spectroscopie d'émission à plasma à couplage inductif	###
	Phosphore	AOAC 2015.06 / ISO 21424 FIL 243	Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif	II
		AOAC 984.27	Spectroscopie d'émission à plasma à couplage inductif	###
		AOAC 986.24	Spectrophotométrie (molybdovanadate)	# III
	Potassium	AOAC 2015.06 / ISO 21424 FIL 243	Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif	II
		ISO 8070 FIL 119	Spectrophotométrie d'absorption atomique par la flamme	# III
		AOAC 984.27	Spectroscopie d'émission à plasma à couplage inductif	###
	Sodium	AOAC 2015.06 / ISO 21424 FIL 243	Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif	II
		ISO 8070 FIL 119	Spectrophotométrie d'absorption atomique par la flamme	# III
		AOAC 984.27	Spectroscopie d'émission à plasma à couplage inductif	###
	Zinc	AOAC 2015.06 / ISO 21424 FIL 243	Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif	II
		AOAC 985.35	Spectrométrie d'absorption atomique par la flamme	# III
		AOAC 984.27	Spectroscopie d'émission à plasma à couplage inductif	###
	Vitamine K	AOAC 2015.09 / ISO 21446	HPLC	II
	Acide folique	AOAC 2011.06	LC-MS/MS	II
		AOAC 992.05 / EN 14131	Micro-bioessais	# III
		J AOAC Int. 2000:83 ; 1141-1148	Biocapteur optique immuno-essai	IV
		J Chromatogr. A., 928, 77-90, 2001	HPLC, impliquant un nettoyage en colonne d'immunoaffinité et une conversion en 5-méthyltétrahydrofolate.	IV

ANNEXE II

COMITÉ SUR LES ÉPICES ET LES HERBES CULINAIRES (CCSCH4)

Méthodes d'analyse pour les dispositions dans l'avant-projet de norme pour l'ail séché et déshydraté

9. MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE**9.1 Méthodes d'analyse¹**

Paramètre	Méthode	Principe	Type ⁴
Humidité	ISO 939	Distillation	I
	AOAC 2001.12	Titration	II
	AOAC 986.21	Distillation	I
	ASTA 2.0	Distillation	I
Cendre totale	ISO 928	Gravimétrie	I
	AOAC 941.12	Gravimétrie	I
	ASTA 3.0	Gravimétrie	I
Cendres insolubles dans l'acide	ISO 930	Gravimétrie	I
	AOAC 941.12	Gravimétrie	I
	ASTA 4.0	Gravimétrie	I
Matières externes	ISO 927	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
	ASTA 14.1	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
Corps étrangers	ISO 927	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
	AOAC 960.51	Tamisage suivi de la gravimétrie	I
Insectes / fragments d'insectes	Méthode appropriée pour certaines épices de l'AOAC, Chapitre 16, sous-chapitre 14	Examen visuel	IV
Insectes vivants	ISO 927	Examen visuel	IV
	AOAC 960.51	Examen visuel	IV
Excréments de mammifères	Manuel de procédure macro-analytique, USFDA, Bulletin technique V.39 B (pour la forme en entier)	Examen visuel	IV
	AOAC 993.27 (pour la forme moulue)	Méthode de détection enzymatique	IV
Extrait soluble dans l'eau à froid	ISO 941	Tamisage suivi de la gravimétrie	I
Composés organiques soufrés volatiles	ISO 5567	Distillation suivie de titrimétrie	IV
Dommages causés par la moisissure	Méthode V-8 Épices, condiments, arômes et drogues brutes (Manuel de procédure macro-analytique, Bulletin technique de la FDA numéro 5) http://www.fda.gov/Food/FoodScienceResearch/LaboratoryMethods/ucm084394.htm#v-32	Examen visuel (pour la forme en entier)	IV

¹ La dernière édition ou version de la méthode approuvée doit être utilisée⁴ Selon la définition des 'types de méthodes d'analyse', telle que décrite dans la Section II du Manuel de procédure du Codex.

Méthodes d'analyse pour les provisions dans l'Avant-projet de norme pour l'origan séché**9. MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE****9.1 Méthodes d'analyse****Tableau 4. Méthodes d'analyse¹**

Paramètre	Méthode	Principe	Type ⁵
Humidité	ISO 939	Distillation	I
	ISO 760	Titrage	II
	AOAC 2001.12	Titrage	II
	ASTA 2.0	Distillation	I
Cendres totales	ISO 928	Gravimétrie	I
	ASTA 3.0	Gravimétrie	I
Cendres insolubles dans l'acide	ISO 930	Gravimétrie	I
	ASTA 4.0	Gravimétrie	I
Huiles volatiles	ISO 6571	Distillation suivie de volumétrie	I
	ASTA 5.0	Distillation suivie de volumétrie	I
Matières végétales externes	ISO 927	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
	ASTA 14.1	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
Corps étrangers	ISO 927	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
Excréments de mammifères	Manuel de procédure macro-analytique, USFDA, Bulletin technique V.39 B (pour la forme en entier)	Examen visuel	IV
Autres excréments	AOAC 993.27 (pour la forme moulue)	Méthode de détection enzymatique	IV
Insecte entier mort	ISO 927	Examen visuel	IV
	MPM V-8 Épices, condiments, arômes et médicaments bruts A. Méthodes générales pour les épices aromatiques et botaniques (V 32)	Examen visuel	IV
Fragments d'insectes	AOAC 975.49	Méthode de flottation	IV
	AOAC 969.44	Méthode de flottation	IV

¹ La dernière édition ou version de la méthode approuvée doit être utilisée

⁵ Selon la définition des ' types de méthodes d'analyse ', telle que décrite dans la Section II du Manuel de procédure du Codex.

Méthodes d'analyse pour les provisions dans l'Avant-projet de norme pour les racines, rhizomes et bulbes séchés - gingembre séché ou déshydraté

9. MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

9.1 Méthodes d'analyse¹

Paramètre	Méthode	Principe	Type ⁶
Humidité	ISO 939	Distillation	I
	AOAC 2001.12	Titrage	II
	AOAC 986.21	Distillation	I
	ASTA 2.0	Distillation	I
Cendre totale	ISO 928	Gravimétrie	I
	AOAC 941.12	Gravimétrie	I
	ASTA 3.0	Gravimétrie	I
Cendres insolubles dans l'acide	ISO 930	Gravimétrie	I
	AOAC 941.12	Gravimétrie	I
	ASTA 4.0	Gravimétrie	I
Huile volatile	ISO 6571	Distillation suivie de volumétrie	I
	AOAC 962.17	Distillation suivie de volumétrie	I
	ASTA 5.0	Distillation suivie de volumétrie	I
Matières externes	ISO 927	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
	AOAC 916.01	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
	ASTA 14.1	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
Corps étrangers	AOAC 960.51	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
	ISO 927	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
Domages causés par les insectes	Méthode V-8 Épices, condiments, arômes et drogues brutes (Manuel de procédure macro-analytique, Bulletin technique numéro 5 de la FDA) https://www.fda.gov/Food/FoodScienceResearch/LaboratoryMethods/ucm105731.htm#v-117	Examen visuel	IV
Couleur extractible	Association américaine de l'oignon séché et de l'ail (ADOGA), méthode IV.C.5	Extraction chimique]	IV
Solides insolubles dans l'eau chaude	Méthode ADOGA IV.C.7	Extraction chimique suivie par gravimétrie	I
Insectes / fragments d'insectes	Méthode appropriée pour certaines épices de l'AOAC, Chapitre 16, sous-chapitre 14	Examen visuel	IV
Excréments de mammifères	Manuel de procédure macro-analytique, USFDA, Bulletin technique V.39 B (pour la forme en entier)	Examen visuel	IV

⁶ Selon la définition des ' types de méthodes d'analyse ', telle que décrite dans la Section II du Manuel de procédure du Codex.

Autres excréments	AOAC 993.27 (pour la forme moulue)	Méthode de détection enzymatique	IV
Moisissure visible	Méthode V-8 Épices, condiments, arômes et drogues brutes (Manuel de procédure macro-analytique, Bulletin technique numéro 5 de la FDA) http://www.fda.gov/Food/FoodScienceResearch/LaboratoryMethods/ucm084394.htm#v-32	Examen visuel	IV
Insectes vivants	ISO 927	Examen visuel	IV
	AOAC 960.51	Examen visuel	IV

* La dernière édition ou version de la méthode approuvée doit être utilisée

Méthodes d'analyse pour les provisions dans l'Avant-projet de norme pour les feuilles séchées – basilic séché

9. MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

9.1 Méthodes d'analyse*

Paramètre	Méthode	Principe	Type ⁷
Humidité	ISO 760	Titrage	II
	ISO 939	Distillation	I
	AOAC 2001.12	Titrage	II
	ASTA 2.0	Distillation	I
	AOAC 941.11	Distillation	I
	AOAC 986.21	Distillation	I
Cendre totale	ISO 928	Gravimétrie	I
	AOAC 950.49	Gravimétrie	I
	ASTA 3.0	Gravimétrie	I
Cendres insolubles dans l'acide	ISO 930	Gravimétrie	I
	ASTA 4.0	Gravimétrie	I
Huile volatile	ISO 6571	Distillation suivie de volumétrie	I
	AOAC 962.17	Distillation suivie de volumétrie	I
	ASTA 5.0	Distillation suivie de volumétrie	I
Matières externes	ISO 927	Examen visuel suivi de la volumétrie	I
Corps étrangers	ISO 927	Examen visuel suivi de la volumétrie	I
Dommages causés par les insectes	Méthode V-8 - Épices, condiments, arômes et remèdes bruts (Manuel de procédures macro-analytiques, Bulletin technique n °5 de la FDA)	Examen visuel	IV

⁷ Selon la définition des ' types de méthodes d'analyse ', telle que décrite dans la Section II du Manuel de procédure du Codex.

Insectes / Excréments / Fragments d'insectes	Méthode appropriée pour certaines épices de l'AOAC, Chapitre 16, sous-chapitre 14 [NIMP 08 Détermination du statut d'un organisme nuisible dans une zone]	Examen visuel	IV
Dommages causés par la moisissure	Méthode V-8 - Épices, condiments, arômes et remèdes bruts (Manuel de procédures macro-analytiques, Bulletin technique n ° 5 de la FDA)	Examen visuel (pour l'ensemble)	IV
Couleur	Envisager l'utilisation de la tête de mesure des chromomètres pour la mesure de la couleur	Colorimétrie	IV
Excréments de mammifères	Manuel de procédure macro-analytique, USFDA, Bulletin technique V.39 B (pour la forme en entier)	Examen visuel	IV
Autres excréments	AOAC 993.27 (pour la forme moulue)	Méthode de détection enzymatique	IV

* La dernière édition ou version de la méthode approuvée doit être utilisée

Méthodes d'analyse pour les provisions dans l'Avant-projet de norme pour les parties florales séchées – clous de girofle séchés

9. MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

9.1 Méthodes d'analyse¹

Paramètre	Méthode	Principe	Type ⁸
Humidité	ISO 939	Distillation	I
	[AOAC 2001.12]	Titrage	II
	[ASTA 2.0]	Distillation	I
Cendre totale	ISO928.	Gravimétrie	I
	ISO 3632-2	Gravimétrie	I
	AOAC 950.49	Gravimétrie	I
	ASTA 3.0	Gravimétrie	I
Cendres insolubles dans l'acide	ISO 930	Gravimétrie	I
	ISO 3632-2	Gravimétrie	I
	ASTA 4.0	Gravimétrie	I
Huile volatile	ISO 6571	Distillation suivie de volumétrie	I
	AOAC 962.17	Distillation suivie de volumétrie	I
	ASTA 5.0	Distillation suivie de volumétrie	I
Matières externes	ISO 927	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
	ISO 3632-2	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
	ASTA 14.1	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
Corps étrangers	ISO 927	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
	ISO 3632-2	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I

⁸ Selon la définition des ' types de méthodes d'analyse ', telle que décrite dans la Section II du Manuel de procédure du Codex.

Dommages causés par les insectes	<p>ISO 927</p> <p>Méthode V-8 Épices, condiments, arômes et remèdes bruts (Manuel de procédure macro-analytique, Bulletin technique de la FDA numéro 5) http://www.fda.gov/Food/FoodScienceResearch/LaboratoryMethods/ucm084394.htm#v-32</p>	<p>Examen visuel</p> <p>Examen visuel</p>	<p>IV</p> <p>IV</p>
Insectes / Excréments / Fragments d'insectes	<p>ISO 927</p> <p>Méthode appropriée pour certaines épices de l'AOAC, Chapitre 16, sous-chapitre 14</p>	<p>Examen visuel</p>	<p>IV</p>
Fibre brute	<p>AOAC – 920.169</p> <p>ISO 5498</p>	<p>Gravimétrie</p> <p>Gravimétrie</p>	<p>I</p> <p>I</p>
Moisissure visible	<p>Méthode V-8 Épices, condiments, arômes et drogues brutes (Manuel de procédure macro-analytique, Bulletin technique numéro 5 de la FDA) http://www.fda.gov/Food/FoodScienceResearch/LaboratoryMethods/ucm084394.htm#v-32</p>	<p>Examen visuel</p>	<p>IV</p>
Insectes vivants	<p>ISO 927</p> <p>AOAC 960.51</p>	<p>Examen visuel</p> <p>Examen visuel</p>	<p>IV</p> <p>IV</p>
Excréments de mammifères	<p>Manuel de procédure macro-analytique, USFDA, Bulletin technique V.39 B (pour la forme en entier)</p>	<p>Examen visuel</p>	<p>IV</p>
Autres excréments	<p>AOAC 993.27 (Pour la forme moulue)</p>	<p>Méthode de détection enzymatique</p>	<p>IV</p>

* La dernière édition ou version de la méthode approuvée doit être utilisée

Méthodes d'analyse pour les provisions dans l'Avant-projet de norme pour le safran**9. MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE****9.1 Méthodes d'analyse^{1,2}**

Paramètre	Méthode	Principe	Type ⁹
Humidité	AOAC 934.06	Gravimétrie	I
	ISO 3632-1	Gravimétrie	I
Cendres totales	AOAC 941.12	Gravimétrie	I
	ISO928.	Gravimétrie	I
	ISO 3632-2	Gravimétrie	I
Cendres insolubles dans l'acide	AOAC 941.12	Gravimétrie	I
	ISO930.	Gravimétrie	I
	ISO 3632-2	Gravimétrie	I
Extrait soluble dans l'eau froide	ISO 941	Extraction	I
	ISO 3632-2		I
Force gustative (exprimée en picrocrocine) A ^{1%} 1 cm 257 nm	ISO 3632-2	Absorbance	IV
Force de l'arôme (exprimé en safranal) A ^{1%} 1 cm 330 nm	ISO 3632-2	Absorbance	IV
Force de coloration (exprimée en crocine) A ^{1%} 1 cm 440 nm	ISO 3632-2	Absorbance	IV
Colorants artificiels	ISO 3632-2	Chromatographie	II
Matières externes	ISO 927	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
	ISO 3632-2	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
Corps étrangers	ISO 927	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
	ISO 3632-2	Examen visuel suivi de la gravimétrie	I
Dommages causés par les insectes	ISO 927	Examen visuel	I
Insectes / fragments d'insectes	ISO 927	Examen visuel	I
Moisissure visible	Méthode V-8 Épices, condiments, arômes et drogues brutes (Manuel de procédure macro-analytique, Bulletin technique numéro 5 de la FDA) http://www.fda.gov/Food/FoodScienceResearch/Laboratory Methods/ucm084394.htm#v-32	Examen visuel	IV
Excréments de mammifères	Manuel de procédure macro-analytique, USFDA, Bulletin technique V.39 B (pour la forme en entier)	Examen visuel	IV

⁹ Selon la définition des ' types de méthodes d'analyse ', telle que décrite dans la Section II du Manuel de procédure du Codex.

Autres excréments	AOAC 993.27 (pour la forme moulue)	Méthode de détection	IV
-------------------	------------------------------------	----------------------	----

* Remarque : L'échantillon de laboratoire minimal selon la norme ISO 3632-2 (tableau 1) pour l'analyse des doublons est : filament de safran : $11,5 \text{ g} \times 2 = 23 \text{ g}$ Safran en poudre $6,75 \text{ g} \times 2 = 13,5 \text{ g}$

²La dernière édition ou version de la méthode approuvée doit être utilisée

ANNEXE III

REPLACEMENT DE L'INDICE D'ACIDE PAR LES ACIDES GRAS LIBRES POUR L'HUILE DE PALME VIERGE ET INCLUSION DES ACIDES GRAS LIBRES POUR L'HUILE DE PALMISTE BRUTE

(MODIFICATION COROLLAIRE APPORTÉE À LA NORME CXS 210-1999, ANNEXE, SECTION 5: MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE POUR INCLURE UNE MÉTHODE SUPPLÉMENTAIRE POUR LA DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ)

(Changements proposés à la norme CXS 234)

<i>Norme de produit</i>	<i>Disposition</i>	<i>Méthode</i>	<i>Principe</i>	<i>Type</i>
<u>Huiles végétales portant un nom spécifique</u>	<u>Acidité : indice d'acide</u>	ISO 660 ou AOCS Cd 3d-63 ou AOCS <u>Ca 5a-40</u>	<u>Titrimétrie</u>	!
	<u>acides gras libres</u>	ISO 660 ou AOCS <u>Ca 5a-40</u>	<u>Titrimétrie</u>	!