



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

Quarante et unième session

Budapest (Hongrie), 11 - 15 mai 2020

**EXAMEN DES MÉTHODES D'ANALYSE DANS LA NORME CXS 234
ENSEMBLE EXPLOITABLE SUR LES GRAISSES ET LES HUILES**

(Rédigé par le groupe de travail électronique présidé par les Pays-Bas)

INTRODUCTION

1. À sa quarantième session, le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) est convenu de poursuivre ses efforts pour mettre au point les ensembles exploitables pour l'examen et la mise à jour de CODEX STAN 234-1999 (CXS 234-1999). Le Comité est convenu de poursuivre l'examen de toutes les méthodes relatives aux graisses et huiles, initialement proposé par AOCS dans le document CX/MAS 19/40/3 Add.3 comme indiqué dans le document REP19/MAS, par.27.
2. Le Comité a noté que l'AOCS a déjà commencé l'examen de l'ensemble exploitable sur les graisses et les huiles et que le tableau des méthodes présenté dans le document CX/MAS 19/40/3 Add.3 servirait de base à un examen plus approfondi.
3. Le Comité est également convenu de constituer un groupe de travail électronique présidé par les Pays-Bas et qui travaillera en anglais, afin que celui-ci poursuive l'examen de l'ensemble exploitable sur les graisses et les huiles, le document CX/MAS 19/40/3 Add.3 servant de base pour cet examen, et travaille en collaboration étroite avec les organismes de normalisation pertinents.

LES TRAVAUX DU GROUPE DE TRAVAIL ÉLECTRONIQUE

4. Le mandat d'origine du groupe de travail électronique, comme énoncé dans le rapport REP 18/MAS, par. 47 était d'entamer la mise à jour de l'ensemble exploitable sur les graisses et les huiles. Toutes les méthodes affectées dans la norme CXS 234 ont été ainsi prises en considération et les méthodes ont été groupées par dispositions. Ceci afin (i) d'avoir une vue d'ensemble complète et transparente de la disposition et de ses méthodes d'analyse approuvées et de leurs produits respectifs et (ii) d'éviter tout double emploi dans les travaux d'examen.
5. Le groupe de travail électronique a été créé et il a poursuivi ses travaux sous la coordination de son président, par courrier électronique. Le président du groupe de travail électronique a géré toutes les communications au sein du groupe, et gardait trace de tous les documents et observations. La liste des participants est jointe en Appendice IV.
6. Tous les participants du Codex étaient les bienvenus, et il a été demandé à tous les membres du groupe de travail électronique d'être disposés à examiner un certain nombre de méthodes et à envoyer un retour d'information sur les méthodes. À cette fin, les participants au groupe de travail électronique ont été invités à fournir la liste des méthodes (ISO, AOCS, AOAC, COI, EN, NMKL, par exemple) auxquelles ils avaient accès. Sur la base des réponses, chaque participant a été invité à examiner certaines méthodes, pour un certain groupe de dispositions (par ex. arsenic, composition en acides gras, etc.). En tant que moyen de contrôle, certains membres du groupe de travail électronique ont été invités à examiner la même disposition mais pour différents groupes de produits.
7. Pour faciliter l'examen de la méthode, le président a rédigé une fiche d'examen de la méthode pour utilisation par les examinateurs au cours de l'examen. La fiche d'examen a été complétée avec du contenu tiré du document d'information « Orientations détaillées sur le processus de soumission, d'examen et de confirmation des méthodes à inclure dans la norme CXS 234 ». Les affectations de méthodes, les fiches

d'examen de méthodes et les instructions supplémentaires pour mener à bien l'examen, la sauvegarde et la dénomination des fichiers de l'examen ont été partagées par courrier électronique.

8. Sur la base des observations / recommandations et des conclusions des fiches d'examen, trois tableaux (appendices I à III) ont été élaborés pour aider à expliquer et à suivre les modifications apportées à la norme CXS 234. Pour faciliter l'examen et la comparaison, tous les tableaux utilisent les informations (produit, disposition, méthode, principe, type) comme elles figurent actuellement dans la norme CXS 234. Des informations supplémentaires (norme du Codex, Comité) devront être ajoutées lors de la mise à jour de la norme CXS 234 en son nouveau format.
9. L'appendice I comprend toutes les méthodes énumérées dans la norme CXS 234 ainsi que les modifications proposées à cette norme. Presque toutes les méthodes figurant dans cet ensemble exploitable ont besoin d'une mise à jour dans leur rédaction et dans l'uniformisation de la terminologie utilisée. Les méthodes figurant actuellement dans la norme CXS 234 sont indiquées en texte barré, si besoin, et la méthode révisée proposée figure en dessous de la méthode en texte barré. Il a été également proposé d'apporter quelques modifications aux définitions des méthodes (identiques et complémentaires) et au typage des méthodes.
10. L'appendice II comprend la liste des méthodes triées par dispositions, avec les observations des examinateurs et les modifications suggérées à la norme CXS 234 qui ont été incorporées dans l'appendice I. En outre, l'appendice II comprend les modifications ou actions proposées qui nécessitent des décisions ultérieures, telles que le retypage ou la suppression d'une méthode. Toutes les observations et justifications figurent en dessous des produits/dispositions, ou bien en dessous de la disposition. Lorsqu'il s'est avéré nécessaire, le président du groupe de travail électronique a ajouté des observations explicatives.
11. L'appendice III comprend toutes les méthodes qu'aucun membre du groupe de travail électronique n'a examinées.

RECOMMANDATIONS

12. Le Comité est invité à :

- examiner l'appendice I et approuver les modifications proposées à la norme CXS 234.
- examiner l'appendice II, formuler des questions et faire des observations sur les informations partagées afin d'orienter les travaux futurs, et faire des recommandations sur la suppression des méthodes, les nouveaux choix de types ou les informations supplémentaires sur l'état des méthodes répertoriées.
- examiner l'appendice III et déterminer si l'examen et la mise à jour de ces méthodes sont justifiés.

APPENDICE I

PARTIE A - MÉTHODES D'ANALYSE PAR CATÉGORIES ET NOMS DE PRODUITS

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Matières grasses tarti- nables et mélanges tar- tinables	Teneur en matières grasses	ISO 17189 IDF 194	Gravimétrie	†
Matières grasses tarti- nables et mélanges tar- tinables	Matière grasse totale	ISO 17189 IDF 194	Gravimétrie Détermination directe des matières grasses par extraction au moyen d'un solvant	I
Graisses et huiles	Butylhydroxyanisole, butylhydroxytoluène, tert-butylhydroquinone et gallate de propyle	AOAC 983.15; ou AOCS Ce 6-86	Chromatographie en phase liquide	II
Graisses et huiles	Butylhydroxyanisole, butylhydroxytoluène, tert-butylhydroquinone et gallate de propyle	AOAC 983.15	Chromatographie en phase liquide	II
Graisses et huiles	Butylhydroxyanisole, butylhydroxytoluène, tert-butylhydroquinone et gallate de propyle	AOCS Ce 6-86	Chromatographie en phase liquide	III
Graisses et huiles (toutes)	Arsenic	AOAC 942.17	Colorimétrie (bleu de molybdène)	III
Graisses et huiles (toutes)	Arsenic	AOAC 963.21 et AOAC 942.17	Digestion Kjeldahl et colorimétrie (bleu de molybdène)	III
Graisses et huiles (toutes)	Arsenic	AOAC 952.13	Colorimétrie (diéthylthiocarbamate)	II
Graisses et huiles (toutes)	Arsenic	AOAC 963.21 et AOAC 952.13	Digestion Kjeldahl et colorimétrie (dié- thylthiocarbamate)	II
Graisses et huiles (toutes)	Arsenic	AOAC 986.15	Spectrophotométrie d'absorption atomique	III
Graisses et huiles (toutes)	Impuretés insolubles	ISO 663	Gravimétrie	†
Graisses et huiles (toutes)	Impuretés insolubles	ISO 663	Calcul à partir de la teneur totale en insolubles dans le n-hexane ou le pé- trole léger. Gravimétrie, séchage à 103 °C	I
Graisses et huiles (toutes)	Plomb	AOAC 994.02; ou ISO 12193; ou AOCS Ca 18c-91	Spectrophotométrie d'absorption ato- mique (directe avec four au graphite)	II
Graisses et huiles (toutes)	Plomb		Spectrophotométrie d'absorption ato- mique (directe avec four au graphite)	II
Graisses et huiles (toutes)	Substances volatiles à 105 °C	ISO 662	Gravimétrie (séchage à l'air)	†

Graisses et huiles (toutes)	Humidité et substances volatiles	ISO 662	Gravimétrie, séchage à 105 °C	I
Graisses et huiles (toutes)	Teneur en savon	ISO 10539; ou AOCS Ch 17-95	Gravimétrie	†
Graisses et huiles (toutes)	Teneur en savon	ISO 10539; ou AOCS Ch 17-95	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Graisses et huiles non mentionnées spécifiquement dans les normes	Indice d'acidité	ISO 660; ou AOCS Cd 3d-63	Titrimétrie	†
Graisses et huiles non mentionnées spécifiquement dans les normes	Acidité: Indice d'acidité	ISO 660 / AOCS Cd 3d-63	Titrimétrie	I
Graisses et huiles non mentionnées spécifiquement dans les normes	Fer et cuivre	AOAC 990.05; ou ISO 8294; ou AOCS Ca 18b-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Graisses et huiles non mentionnées spécifiquement dans les normes	Fer et cuivre	AOAC 990.05 / ISO 8294 / AOCS Ca 18b-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Graisses et huiles non mentionnées spécifiquement dans les normes	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90 ISO 3960	Titrimétrie utilisant l'isooctane	†
Graisses et huiles non mentionnées spécifiquement dans les normes	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90 / ISO 3960	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Huiles de poisson	Indice d'acidité	AOCS Ca 5a-40 AOCS Cd 3d-63 ISO 3960 NMKL 38	Titrage	†
Huiles de poisson	Acidité: Indice d'acidité	AOCS Ca 5a-40 / AOCS Cd 3d-63 / ISO 660 / NMKL 38	Titrimétrie	I
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 1a-13	Chromatographie gaz-liquide sur colonne capillaire	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 2-66	Préparation des esters méthyliques d'acides gras	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 2-66 et AOCS Ce 1a-13	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	IV

Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 1b-89	Chromatographie gaz-liquide (CGL)	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 1b 89	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 2b-11	Hydrolyse alcaline	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 2b-11 et AOCS Ce 1i-07 ou AOCS Ce 1j-07	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 1-07	Chromatographie gaz-liquide sur colonne capillaire	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	ISO 12966-2	Chromatographie en phase gazeuse	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	ISO 5508	Chromatographie en phase gazeuse	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	ISO 12966-2 et ISO 12966-4 / AOCS Ce 2-66 et AOCS Ce 1i-07	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	II
Huiles de poisson	Indice de p-anisidine	Pharmacopée européenne 2.5.36 / AOCS Cd 18-90 / ISO 6885	Spectrophotométrie	I
Huiles de poisson	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90 ISO 3960 NMKL-158	Titrage	†
Huiles de poisson	Indice de peroxyde	Pharmacopée européenne 2.5.5 (Partie B, Isooctane comme solvant)	Titrage	†
Huiles de poisson	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90 / ISO 3960 / NMKL 158 / Pharmacopée européenne 2.5.5	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Huiles de poisson	Phospholipides	USP-FCC 10 2S (huile de Krill)- Phospholipides, Résonance Magnétique Nucléaire (RMN), Appendice IIC	Spectroscopie RMN	†
Huiles de poisson	Phospholipides	USP-FCC 11 1S	Spectroscopie RMN	IV
Huiles de poisson	Triglycérides	AOCS Cd 11d-96	CLHP-ELSD	III
Huiles de poisson	Triglycérides	AOCS Cd 11d-96	Chromatographie en phase liquide (ELSD)	II
Huiles de poisson	Triglycérides	Pharmacopée européenne 1352 (Triglycérides d'acide Oméga-3)- Oligomères et glycéride partiel	CLHP-IR	III
Huiles de poisson	Triglycérides	Pharmacopée européenne 1352	Chromatographie en phase liquide (RI)	III
Huiles de poisson	Triglycérides	USP 40-NF35 (Triglycérides d'acide Oméga-3): Teneur en oligomères et glycéride partiel	CLHP-IR	III

Huiles de poisson	Triglycérides	USP 40-NF35	Chromatographie en phase liquide (RI)	III
Huiles de poisson	Vitamine A-	EN 12823-1 (Détermination de la vitamine A par chromatographie en phase liquide à haute performance - Partie 1: Mesure du rétinol-E tout et du rétinol-13-Z)	Chromatographie en phase liquide-	III-
Huiles de poisson	Vitamine A-	Pharmacopée européenne, Monographie sur l'huile de foie de morue (type A), monographie-01/2005: 1192, avec point de terminaison LC 2.2.29.-	Chromatographie en phase liquide-	III-
Huiles de poisson	Vitamine A (rétinol-E tout et rétinol-13-Z)	EN 12823-1	Chromatographie en phase liquide	II
Huiles de poisson	Vitamine A (rétinol-E tout)	Pharmacopée européenne 2398	Chromatographie en phase liquide	III
Huiles de poisson	Vitamine D	EN 12821 (Détermination de la vitamine D par chromatographie en phase liquide à haute performance - Mesure du cholécalférol (D3) ou de l'ergocalciférol (D2))	Chromatographie en phase liquide-	III-
Huiles de poisson	Vitamine D-	NMKL 167 (cholécalférol (vitamine D3) et ergocalciférol (vitamine D2). Détermination par CLHP dans les produits alimentaires)	Chromatographie en phase liquide-	III-
Huiles de poisson	Vitamine D (Vitamine D2 et D3)	EN 12821 / NMKL 167	Calcul à partir de la concentration en vitamine D2 ou D3, chromatographie préparative sur colonne et chromatographie en phase liquide	II
Graisses animales portant un nom spécifique	Acidité-	ISO 660; ou AOCS Cd 3d-63	Titrimétrie-	I-
Graisses animales portant un nom spécifique	Acidité: Indice d'acidité	ISO 660 / AOCS Cd 3d-63	Titrimétrie	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Fer et cuivre-	AOAC 990.05; ou ISO 8294; ou AOCS Ca 18b-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II-
Graisses animales portant un nom spécifique	Fer et cuivre	AOAC 990.05 / ISO 8294 / AOCS Ca 18b-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Graisses animales portant un nom spécifique	Intervalles CGL de la composition en acides gras-	ISO 5508 et ISO 12966-2; ou AOCS Ce 2-66 et Ce 1e-91 ou Ce 1f-96	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques-	II-
Graisses animales por-	Composition en acides gras	ISO 12966-2 et ISO 12966-4 /	Chromatographie en phase gazeuse	II

tant un nom spécifique		AOCS Ce 2-66 et Ce 1f-96	des esters méthyliques	
Graisses animales portant un nom spécifique	Indice d'iode (IV)	ISO 3961; ou AOAC 993.20; ou AOCS Cd 1d-92	Titrimétrie (méthode de Wijs)	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Indice d'iode	ISO 3961 / AOAC 993.20 / AOCS Cd 1d-92 / NMKL 39	Titrimétrie (méthode de Wijs)	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90; ou ISO 3960	Titrimétrie utilisant l'isooctane	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90 / ISO 3960	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Indice de réfraction	ISO 6320; ou AOCS Cc 7-25	Réfractométrie	II
Graisses animales portant un nom spécifique	Indice de réfraction	ISO 6320 / AOCS Cc 7-25	Réfractométrie	II
Graisses animales portant un nom spécifique	Densité relative	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié; ou AOCS Cc 40c-95	Pycnométrie	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Densité relative	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié / AOCS Cc 10c-95	Pycnométrie	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Indice de saponification	ISO 3657; ou AOCS Cd 3-25	Titrimétrie	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Indice de saponification	ISO 3657 / AOCS Cd 3-25	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Titre	ISO 935; ou AOCS Cc 12-59	Thermométrie	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Titre	ISO 935	Thermométrie	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Titre	AOCS Cc 12-59	Thermométrie	IV
Graisses animales portant un nom spécifique	Matière insaponifiable	ISO 3596; ou ISO 18609; ou AOCS Ca 6b-53	Titrimétrie après extraction à l'éther diéthylique	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Matière insaponifiable	ISO 3596 / ISO 18609 / AOCS Ca 6b-53	Gravimétrie, séchage à 103 °C et titrimétrie (colorimétrie)	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Acidité	ISO 660; ou AOCS Cd 3d-63	Titrimétrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Acidité: Indice d'acidité	ISO 660 / AOCS Cd 3d-63 / AOCS Ca 5a-40	Titrimétrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Densité apparente	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié; ou AOCS Cc 40c-95	Pycnométrie	I

Huiles végétales portant un nom spécifique	Densité apparente	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié / AOCS Cc 10c-95	Pycnométrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Essai Baudouin (essai modifié Villavecchia ou essai d'huile de sésame)	AOCS Cb 2-40	Réaction couleur	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Caroténoïdes, totaux	BS 684 Section 2.20	Spectrophotométrie	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Caroténoïdes, totaux	BS684-2.20	Spectrophotométrie	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Fer et cuivre	ISO 8294; ou AOAC 990.05; ou AOCS Ca 18b-91	Spectrométrie d'absorption atomique (SAA)	II
Graisses animales portant un nom spécifique	Fer et cuivre	AOAC 990.05 / ISO 8294 / AOCS Ca 18b-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de Crismer	AOCS Cb 4-35 et AOCS Ca 5a-40	Turbidité	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de Crismer	AOCS Cb 4-35 et AOCS Ca 5a-40	Calcul à partir de la composition individuelle des acides gras (chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques) et de la turbidité	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Intervalles CGL de la composition en acides gras	ISO 5508 et ISO 12966-2; ou AOCS Ce 2-66 et Ce 1-62 ou Ce 1h-05	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Composition en acides gras	ISO 12966-2 et ISO 12966-4 / AOCS Ce 2-66 et AOCS Ce 1h-05	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Acides gras libres	ISO 660 / AOCS Cd 3d-63 / AOCS Ca 5a-40	Titrimétrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Test de Halphen	AOCS Cb 1-25	Colorimétrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Impuretés insolubles	ISO 663	Gravimétrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Impuretés insolubles	ISO 663	Calcul à partir de la teneur totale en insolubles dans le n-hexane ou le pétrole léger. Gravimétrie, séchage à 103 °C	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice d'iode (IV)	ISO 3961; ou AOAC 993.20; ou AOCS Cd 1d-92; ou NIMKL 39	Titrimétrie (méthode de Wijs)	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice d'iode	ISO 3961 / AOAC 993.20 / AOCS Cd 1d-92 / NIMKL 39	Titrimétrie (méthode de Wijs)	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Plomb	AOAC 994.02; ou ISO 12493; ou AOCS Ca 18c-91	Absorption atomique	II

Huiles végétales portant un nom spécifique	Plomb	AOAC 994.02 / ISO 12193 / AOCS Ca 18c-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Humidité et substances volatiles à 105 °C	ISO 662	Gravimétrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Humidité et substances volatiles	ISO 662	Gravimétrie, séchage à 105 °C	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de peroxyde (PV)	AOCS Cd 8b-90; ou ISO 3960	Titrimétrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90 / ISO 3960	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de réfraction	ISO 6320; ou AOCS Cc 7-25	Réfractométrie	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de réfraction	ISO 6320 / AOCS Cc 7-25	Réfractométrie	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de Reichert et indice de Polenske	AOCS Cd 5-40	Titrimétrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de Reichert et indice de Polenske	AOCS Cd 5-40	Calcul à partir d'acides gras volatiles solubles et insolubles. Titrimétrie (colorimétrique)	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Densité relative	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié; ou AOCS Cc 40c-95	Pycnométrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Densité relative	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié / AOCS Cc 10c-95	Pycnométrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de saponification (SV)	ISO 3657; ou AOCS Cd 3-25	Titrimétrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de saponification	ISO 3657 / AOCS Cd 3-25	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Point d'écoulement	ISO 6321 pour toutes les huiles; AOCS Cc 3b-92 pour toutes les huiles sauf les huiles de palme; AOCS Cc 3-25 pour les huiles de palme uniquement	Tube capillaire à bouts ouverts	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Point d'écoulement	ISO 6321 / AOCS Cc 3b-92 pour toutes les huiles sauf les huiles de palme, ou AOCS Cc 3-25 pour les huiles de palme uniquement	Tube capillaire à bouts ouverts	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Teneur en savon	BS 684 Section 2.5 retirée en faveur de BS EN ISO 10539 ou AOCS Cc 17-95	Gravimétrie	I

Huiles végétales portant un nom spécifique	Teneur en stérols-	ISO 12228; ou AOCS Ch 6-91	Chromatographie en phase gazeuse	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Composition en stérols et stérols totaux	ISO 12228-1 / AOCS Ch 6-91	Chromatographie sur couche mince (CCM) et chromatographie en phase gazeuse (CG)	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Teneur en tocophérols-	ISO 9936; ou AOCS Ce 8-89	Chromatographie liquide à haute performance (CLHP)-	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Teneur en tocophérols	ISO 9936 / AOCS Ce 8-89	Chromatographie en phase liquide	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Matière insaponifiable-	ISO 3596; ou ISO 18609; ou AOCS Ca 6b-53	Gravimétrie-	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Matière insaponifiable	ISO 3596 / ISO 18609 / AOCS Ca 6b-53	Gravimétrie, séchage à 103 °C et titrimétrie (colorimétrie)	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Absorption dans l'ultraviolet-	COI/T.20/Doc. Nr. 19; ou ISO 3656; ou AOCS Ch 5-91	Absorption dans l'ultraviolet-	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Absorption dans l'ultraviolet	COI/T.20/Doc. Nr. 19 / ISO 3656 / AOCS Ch 5-91	Spectrophotométrie	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Acidité libre (indice d'acidité)-	ISO 660; ou AOCS Cd 3d-63	Titrimétrie-	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Acidité: Indice d'acidité	ISO 660 / AOCS Cd 3d-63	Titrimétrie	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Alpha-tocophérol-	ISO 9936	Chromatographie liquide à haute performance (CLHP)-	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Alpha-tocophérol	ISO 9936	Chromatographie en phase liquide	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Fer et cuivre-	ISO 8294; ou AOAC 990.05	Spectrométrie d'absorption atomique (SAA)-	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Fer et cuivre	AOAC 990.05 / ISO 8294	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Différence entre la teneur théorique et la teneur réelle en triglycérides à ECN 42-	COI/T.20/Doc. no. 20 ou AOCS Ce 5b-89	Analyse des triglycérides par chromatographie liquide à haute performance et calcul-	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Différence entre la teneur théorique et la teneur réelle en triglycérides à ECN 42	COI/T.20/Doc. no. 20	Calcul à partir des valeurs expérimentales des triacylglycérols avec un nombre de carbone équivalent de 42 (chromatographie en phase liquide) et de la valeur théorique des triacylglycérols avec un nombre de carbone équivalent de 42 (calculé à partir de la composition en acides gras obtenue par chromatographie en phase ga-	I

			zeuse). Calcul à partir de la composition individuelle des acides gras (chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques), des triacylglycérols (chromatographie en phase liquide) et de la composition théorique des triacylglycérols.	
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Érythrodiol et uvaol	COI/T.20/Doc.no. 30	Chromatographie en phase gazeuse	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Érythrodiol et uvaol	COI/T.20/Doc.no. 26	Calcul du pourcentage relatif de la somme de l'érythrodiol et de l'uvaol par rapport à la somme de tous les stérols, l'érythrodiol et l'uvaol. Chromatographie sur couche mince (CCM) et chromatographie en phase gazeuse (CG) (esters triméthylsilyles)	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Solvants halogénés, traces	COI/T.20/Doc. no. 8	Chromatographie en phase gazeuse	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Tétrachloroéthylène, traces	COI/T.20/Doc. no. 8	Chromatographie en phase gazeuse	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Impuretés insolubles dans le pétrole léger	ISO 663	Gravimétrie	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Impuretés insolubles	ISO 663	Calcul à partir de la teneur totale en insolubles dans le n-hexane ou le pétrole léger. Gravimétrie, séchage à 103 °C	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice d'iode	ISO 3961; ou AOAC 993.20; ou AOCS Cd 1d-92; ou NMKL 39	Titrimétrie (méthode de Wijs)	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice d'iode	ISO 3961 / AOAC 993.20 / AOCS Cd 1d-92 / NMKL 39	Titrimétrie (méthode de Wijs)	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Plomb	AOAC 994.02; ou ISO 12193; ou AOCS Ca 18c-91	Spectométrie d'absorption atomique (SAA)	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Plomb	AOAC 994.02 / ISO 12193 / AOCS Ca 18c-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Humidité et substances volatiles	ISO 662	Gravimétrie	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Humidité et substances volatiles	ISO 662	Gravimétrie, séchage à 105 °C	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Propriétés organoleptiques	COI/T.20/Doc. no. 15	Tests	I

Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Propriétés organoleptiques	COI/T.20/Doc. no. 15	Analyse sensorielle par dégustateurs expérimentés	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice de peroxyde	ISO 3960; ou AOCS Cd 8b-90	Titrimétrie	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90 / ISO 3960	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice de réfraction	ISO 6320; ou AOCS Cc 7-25	Réfractométrie	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice de réfraction	ISO 6320 / AOCS Cc 7-25	Réfractométrie	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Densité relative	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié; ou AOCS Cc 40c-95	Pycnométrie	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Densité relative	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié / AOCS Cc 10c-95	Pycnométrie	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice de saponification	ISO 3657; ou AOCS Cd 3-25	Titrimétrie	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice de saponification	ISO 3657 / AOCS Cd 3-25	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Composition en stérols et stérols totaux	COI/T.20/Doc. no. 30; ou ISO 12228-2; ou AOCS Ch 6-91	Chromatographie en phase gazeuse	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Composition en stérols et stérols totaux	COI/T.20/Doc. no. 26 / ISO 12228-2 / AOCS Ch 6-91	Chromatographie sur couche mince (CCM) et chromatographie en phase gazeuse (CG)	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Stigmastadiènes	COI/T.20/Doc. no. 11; ou ISO 15788-1; ou AOCS Cd 26-96	Chromatographie en phase gazeuse	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Stigmastadiènes	COI/T.20/Doc. no. 11 / ISO 15788-1 / AOCS Cd 26-96	Chromatographie préparative sur colonne et chromatographie en phase gazeuse	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Stigmastadiènes	ISO 15788-2	Chromatographie liquide à haute performance (CLHP)	III
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Stigmastadiènes	ISO 15788-2	Chromatographie préparative sur colonne et chromatographie en phase gazeuse	III
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Teneur en acides gras trans	COI/T.20/Doc. no. 17; ou ISO 15304; ou AOCS Ch 2a-94	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Teneur en acides gras trans	COI/T.20/Doc. no. 33	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Teneur en acides gras trans	ISO 15304	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	III

Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Teneur en acides gras trans	AOCS Ch 2a-94	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	III
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Matière insaponifiable	ISO 3596; ou ISO 18609; ou AOCS Ca 6b-53	Gravimétrie	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Matière insaponifiable	ISO 3596 / ISO 18609 / AOCS Ca 6b-53	Gravimétrie, séchage à 103 °C et titrimétrie (colorimétrie)	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Teneur en cire	COI/T.20/Doc. no. 18; ou AOCS Ch 8-02	Chromatographie en phase gazeuse	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Teneur en cire	COI/T.20/Doc. no. 18 / AOCS Ch 8-02	Chromatographie en phase gazeuse	II

APPENDICE II

PARTIE A - MÉTHODES D'ANALYSE PAR DISPOSITION ET NOMS

Les observations marquées avec un astérisque () ont été reprises et rédigées pour leur pertinence du document CX/MAS 19/40/3 Add.3.

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Absorption dans l'ultraviolet	COI/T.20/Doc. Nr. 19; ou ISO 3656; ou AOCs Ch 5-91	Absorption dans l'ultraviolet	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Absorption dans l'ultraviolet	COI/T.20/Doc. Nr. 19 / ISO 3656 / AOCs Ch 5-91	Spectrophotométrie	II
La disposition n'est ni répertoriée ni identifiée ailleurs. Les trois méthodes ne sont pas correctement validées et ne répondent pas à tous les critères de validation des méthodes définies par le CCMAS. Ces méthodes sont des méthodes de type II, et bien que très similaires, il existe toujours quelques différences légères entre les méthodes répertoriées.				
Huiles de poisson	Indice d'acidité	AOCS Ca 5a-40 / AOCs Cd 3d-63 / ISO 3960 / NMKL 38	Titrage	†
Huiles de poisson	Acidité: Indice d'acidité	AOCS Ca 5a-40 / AOCs Cd 3d-63 / ISO 660 / NMKL 38	Titrimétrie	I
Graisses et huiles non mentionnées spécifiquement dans les normes	Indice d'acidité	ISO 660; ou AOCs Cd 3d-63	Titrimétrie	†
Graisses et huiles non mentionnées spécifiquement dans les normes	Acidité: Indice d'acidité	ISO 660 / AOCs Cd 3d-63	Titrimétrie	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Acidité	ISO 660; ou AOCs Cd 3d-63	Titrimétrie	†
Graisses animales portant un nom spécifique	Acidité: Indice d'acidité	ISO 660 / AOCs Cd 3d-63	Titrimétrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Acidité	ISO 660; ou AOCs Cd 3d-63	Titrimétrie	†
Huiles végétales portant un nom spécifique	Acidité: Indice d'acidité	ISO 660 / AOCs Cd 3d-63 / AOCs Ca 5a-40	Titrimétrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Acides gras libres	ISO 660 / AOCs Cd 3d-63 / AOCs Ca 5a-40	Titrimétrie	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Acidité libre (indice d'acidité)	ISO 660; ou AOCs Cd 3d-63	Titrimétrie	†
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Acidité: Indice d'acidité	ISO 660 / AOCs Cd 3d-63	Titrimétrie	I

Examineur I: ISO 660 est une méthode omnibus contenant toutes les possibilités traitées par les deux méthodes AOCS et la méthode NMKL. Veuillez vous référer au débat approfondi sur cette liste de méthodes lors de la quarantième session de CCMAS (REP19 / MAS). AOCS recommande cette méthode pour essai d'aptitude dans sa série sur les huiles de poisson.

REP19/MAS - Comité sur les graisses et les huiles (CCFO). Méthodes d'analyse pour l'indice d'acide et les acides gras libres pour l'huile de palme vierge et l'huile de palmiste brute. Le Comité a pris note de l'explication donnée par l'observateur d'AOCS, à savoir que les trois méthodes ISO 660 / AOCS Cd 3d-63 / AOCS Ca 5a-40 pourraient être utilisées pour calculer aussi bien l'indice d'acide que les acides gras libres. Dans chacune de ces méthodes, on utilise un titrant alcalin et des indicateurs qui changent de couleur en fonction du pH. Il a indiqué que, dans la méthode AOCS 5a-40, on utilisait un indicateur qui s'approchait le plus possible du pH neutre et qu'il en était de même pour la norme ISO 660. L'observateur a également noté que les méthodes ne répondaient peut-être pas exactement à la définition du terme «identique» du point de vue chimique, mais qu'elles pourraient être considérées comme identiques et permettraient d'obtenir le même résultat. Sur la base de cette explication, le Comité a décidé de confirmer les trois méthodes pour l'indice d'acide et les acides gras libres.

L'examineur II propose d'ajouter la méthode COI/T.20/Doc. No 34 (méthode froide) à cette disposition comme suggéré dans COI/T.15/NC No 3/Rev. 14 (normes commerciales applicables aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive). Cette méthode n'est pas approuvée par le CCMAS.

*La méthode ISO 3960 comprend l'essai pour l'indice de peroxyde et non pas pour l'indice d'acidité. ISO 660 comprend l'essai pour l'indice d'acidité et elle est examinée ici. Les méthodes ne partagent pas les mêmes données de validation.

Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Alpha-tocophérol	ISO 9936	Chromatographie liquide à haute performance (CLHP)	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Alpha-tocophérol	ISO 9936	Chromatographie en phase liquide	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Teneur en tocophérols	ISO 9936; ou AOCS Ce 8-89	Chromatographie liquide à haute performance (CLHP)	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Teneur en tocophérols	ISO 9936 / AOCS Ce 8-89	Chromatographie en phase liquide	II

Examineur I: Selon la norme CXS 210-1999 (tableau 4) la plage des niveaux de teneur total (en tocophérols et tocotriénols) varie entre 20 mg/kg dans l'huile d'amande et 3720 mg/kg dans l'huile de maïs. La méthode ISO utilise mg/kg, la méthode AOCS utilise µg/g comme unité de mesure. Aucune mention n'a été trouvée concernant l'utilisation d'une taille de prise d'essai différente, si besoin, en raison d'une teneur en tocophérol plus ou moins élevée dans l'échantillon. La méthode selon la norme ISO comprend des informations sur les essais interlaboratoires, la limite de répétabilité, la limite de reproductibilité. Il n'y a aucune information sur la limite de détection (LD) et la limite de quantification (LQ), mais on suppose que l'ISO a effectué de telles déterminations. Il en va de même pour la méthode AOCS, elle comprend des informations sur l'essai interlaboratoires, la limite de répétabilité, la limite de reproductibilité, adopté à partir d'une étude IUPAC. Mais il n'y a aucune information sur la limite de détection (LD) et la limite de quantification (LQ), et on suppose que AOCS a effectué de telles déterminations. Il existe des différences dans la phase mobile de la chromatographie liquide à haute performance. AOCS utilise un mélange d'isopropanol dans de l'hexane (0,5:99,5 v/v). L'ISO utilise le tétrahydrofurane dans le n-heptane (3,85 % en volume). Mais pour ISO il y avait d'autres phases mobiles possibles pour l'essai interlaboratoires réalisé en 2003. En plus il y a une différence dans la phase stationnaire: ISO propose deux alternatives: diol microparticulaire ou silice microparticulaire; AOCS ne mentionne que la silice. Les facteurs de division utilisés dans les deux normes sont identiques.

Examineur II: EN 12822:2014, Teneur en tocophérols, chromatographie en phase liquide. Le président du groupe de travail électronique: aucune autre information et comparaison avec les méthodes ISO et AOCS n'a été fournie par l'examineur II.

Graisses et huiles (toutes)	Arsenic	AOAC 942.17	Colorimétrie (bleu de molybdène)	III
--	--------------------	------------------------	---	----------------

Graisses et huiles (toutes)	Arsenic	AOAC 963.21 et AOAC 942.17	Digestion Kjeldahl et colorimétrie (bleu de molybdène)	III
Aucune donnée de validation n'a été trouvée pour une paire produit/disposition. Les données de validation ne concernent que les "apple digests" (JAOAC 46, 246(1963)). Bien qu'il n'y a pas de données de validation, le comité a déclaré auparavant que « L'absence de telles données (de validation) n'entraînerait ni la modification du type de la méthode ni la révocation d'une méthode ». Notes supplémentaires; Note 1: AOAC répertorie la méthode 942.17 comme de «surplus» et ainsi cette méthode peut ne plus être pertinente. Si AOAC ne considère plus cette méthode comme faisant partie des méthodes d'analyse officielles (OMA), elle ne devrait plus être incluse dans la norme CXS 234. Note 2: La méthode AOAC 942.17 nécessite une étape de digestion de l'échantillon et utilise la méthode complémentaire AOAC 963.21 (Digestion Kjeldahl). La méthode 963.21 devrait être incluse dans la norme CXS 234 en tant que méthode complémentaire. Note 3: Il faudrait établir des critères de performance pour cette paire de disposition/produit.				
Graisses et huiles (toutes)	Arsenic	AOAC 952.13	Colorimétrie (diéthylthiocarbamate)	II
Graisses et huiles (toutes)	Arsenic	AOAC 963.21 et AOAC 952.13	Digestion Kjeldahl et colorimétrie (diéthylthiocarbamate)	II
Aucune donnée de validation n'a été trouvée pour une paire produit/disposition. Les données de validation ne concernent que les "apple digests" (JAOAC 46, 246(1963)). Bien qu'il n'y a pas de données de validation, le comité a déclaré auparavant que « L'absence de telles données (de validation) n'entraînerait ni la modification du type de la méthode ni la révocation d'une méthode ». Notes supplémentaires: Note 1: AOAC répertorie la méthode 952.13 comme de «surplus» et ainsi cette méthode peut ne plus être pertinente. Si AOAC ne considère plus cette méthode comme faisant partie des méthodes d'analyse officielles (OMA), elle ne devrait plus être incluse dans la norme CXS 234. Note 2: La méthode AOAC 952.13 nécessite une étape de digestion de l'échantillon et utilise la méthode complémentaire AOAC 963.21 (Digestion Kjeldahl). La méthode 963.21 devrait être incluse dans la norme CXS 234 en tant que méthode complémentaire. Note 3: Il faudrait établir des critères de performance pour cette paire de disposition/produit.				
Graisses et huiles (toutes)	Arsenic	AOAC 986.15	Spectrophotométrie d'absorption atomique	III
Aucune donnée de validation n'a été trouvée pour une paire produit/disposition. Bien qu'il n'y a pas de données de validation, le comité a déclaré auparavant que « L'absence de telles données (de validation) n'entraînerait ni la modification du type de la méthode ni la révocation d'une méthode ». Il faudrait établir des critères de performance pour cette paire de disposition/produit.				
Observation de caractère général de l'examinateur 2: EN 15763:2009 (ICP-MS); Elemental Analysis Manual for Food and Related Products, U.S. Food and Drug Administration (Version 1.1, 2015) (ICP-MS).				
Huiles végétales portant un nom spécifique	Essai Baudouin (essai modifié Villavecchia ou essai d'huile de sésame)	AOCS Cb 2-40	Réaction couleur	I
Norme mondiale de l'industrie depuis 1940, validée par des droits acquis. Aucune donnée (de validation) publiée.				
Graisses et huiles	Butylhydroxyanisole, butylhydroxytoluène, tert-butylhydroquinone et gallate de propyle	AOAC 983.15; or AOCS Ce 6-86	Chromatographie en phase liquide	II
Graisses et huiles	Butylhydroxyanisole, butylhydroxytoluène, tert-butylhydroquinone et gallate de	AOAC 983.15	Chromatographie en phase liquide	II

	propyle			
Graisses et huiles	Butylhydroxyanisole, butylhydroxytoluène, tert-butylhydroquinone et gallate de propyle	AOCS Ce 6-86	Chromatographie en phase liquide	III

La conclusion principale de l'examinateur est indiquée. Des données d'essais interlaboratoires sont présentées pour trois matrices (dans la méthode AOAC); Données d'essais interlaboratoires pour les huiles et le lard. Bien que vérifié de manière appropriée pour une décision finale en 1994, les données d'essais interlaboratoires communiquées n'indiquent pas toutes les « caractéristiques analytiques généralisées » mentionnées dans PM (bien qu'elles puissent être obtenues à partir des données originales). Par exemple, au lieu des valeurs LD/LQ, une plage de concentration applicable est communiquée.

Les méthodes ne sont pas identiques ou complémentaires - elles sont très similaires mais on peut supposer que, bien que la méthode AOAC ait été révisée conformément à J. AOAC Int. 76, 765 (1993), pour inclure un champ d'application élargi avec 2 antioxydants supplémentaires, plus la matrice des huiles de beurre; la phase mobile dans AOAC est une variation permise dans la méthode AOCS, le volume d'injection est différent et l'exemple de chromatographie est différent. On peut supposer que la méthode AOCS a été adoptée à partir de la version précédente d'AOAC et de la précédente méthode IUPAC 2.642 pour déterminer les antioxydants par chromatographie liquide à haute performance (1987).

Les méthodes ne sont pas « identiques », de sorte que les deux ne peuvent pas être approuvées en tant que type II, mais si l'une devait être approuvée, la méthode AOAC 983.15 plus récemment révisée et plus complète serait choisie de préférence. Selon les observations de Blumhorst et al.¹ la méthode officielle AOCS Ce 6-86 « Antioxydants, méthode de chromatographie en phase liquide » a été initialement développée pour confirmer que le bon antioxydant a été ajouté aux huiles raffinées à la concentration spécifiée. Mais les taux de récupération BHT et la LQ estimée ne répondent pas aux critères du Codex (nécessitant une LQ de ≤ 15 mg/kg et un pourcentage de récupération dans la plage de 90 à 107%). Ces travaux de Blumhorst et al. ont démontré que la quantification de la tert-butylhydroquinone (TBHQ) dans l'huile de canola brute / l'huile de colza en utilisant la chromatographie en phase liquide (LC) avec détection à ultraviolets (UV) a été compromise par un pic parasite. Alors que Collison (2019)² a suggéré que la méthode AOCS Ce 6-86 a été écrite à une époque où la CLHP n'était pas une technique bien développée. Elle est basée sur une méthode de la fin des années 1970, nécessitant l'utilisation de colonnes à très faible performance et un choix médiocre de phases mobiles. La méthode a été mise à jour pour permettre l'utilisation de colonnes modernes et une section a été ajoutée pour expliquer l'emploi de la méthode et pour déterminer l'absence, ainsi que la quantification d'antioxydants. On peut avoir recours à la méthode AOCS Ce 6-86 pour discuter brièvement de la nécessité de mettre à jour les méthodes AOCS. Cela laisse à penser que la méthode manque de spécificité suffisante et que, conformément à la « Directive 96/23/CE du Conseil en ce qui concerne les performances des méthodes d'analyse et l'interprétation des résultats », pour une méthode LC-UV/VIS (longueur d'onde unique) au moins deux différents systèmes de chromatographie, ou bien une deuxième méthode de détection indépendante seront utilisés. Si une méthode de référence de type II appropriée pouvait être identifiée, la méthode AOAC 983.15 et AOCS Ce 6-86 pourraient être retenues comme méthodes de type III.

*AOCS Ce 6-86 la référence # 2 devrait être "Page, B.D., J. Assoc. Off. Anal. Chem. 66:729 (1983)", et non pas "From Page, B.D., J. Assoc. Off. Anal. Chem. 66:729 (1983)" et la référence # 3 devrait être "Horwitz, W., J. Assoc. Off. Anal. Chem. 67:432 (1984)", et non pas "Horwitz, W., Ibid. 67:432 (1984)".

Graisses et huiles non mentionnées spécifiquement dans les normes	Fer et cuivre	AOAC 990.05; ou ISO 8294; ou AOCS Ca-18b-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au-graphite)	II
--	---------------	---	--	----

¹ Blumhorst et al. Identification of a TBHQ-Interfering Peak in Crude Canola Oil Using AOCS Official Method Ce 6-86 and its Chromatographic Resolution J Am Oil Chem Soc (2017) 94:1323–1328

² Mark W. Collison* (2019), Presentation at 2019 AOCS ANNUAL MEETING & EXPO Update of AOCS Ce 6-86 Antioxidants Method and an overview of the need for methods updates.

Graisses et huiles non mentionnées spécifiquement dans les normes	Fer et cuivre	AOAC 990.05 / ISO 8294 / AOCS Ca 18b-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Graisses animales portant un nom spécifique	Fer et cuivre	AOAC 990.05; ou ISO 8294; ou AOCS Ca 18b-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Graisses animales portant un nom spécifique	Fer et cuivre	AOAC 990.05 / ISO 8294 / AOCS Ca 18b-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Fer et cuivre	ISO 8294; ou AOAC 990.05; ou AOCS Ca 18b-91	Spectrométrie d'absorption atomique (SAA)	II
Graisses végétales portant un nom spécifique	Fer et cuivre	AOAC 990.05 / ISO 8294 / AOCS Ca 18b-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Fer et cuivre	ISO 8294; ou AOAC 990.05	Spectrométrie d'absorption atomique (SAA)	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Fer et cuivre	AOAC 990.05 / ISO 8294	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Méthodes validées par 1 matière grasse (beurre de cacao) et par 2 huiles (huile de soja et huile d'arachide). Aucune graisse animale, huile de poisson ou huile d'olive n'a été utilisée dans l'étude interlaboratoires de validation. Toutes les trois méthodes (AOAC, ISO, AOCS) partagent les données de validation (Pure & Appl. Chem., Vol. 60, No. 6, pp. 893-900, 1988.). Il est suggéré d'établir des critères de performance pour ces méthodes.				
*Les méthodes sont techniquement identiques car elles sont toutes originaires de la même méthode initiale (IUPAC2.631) et sont basées sur le même ensemble de données de validation.				
Observation de caractère général d'AOCS concernant la disposition fer et cuivre: AOCS a récemment adopté la méthode officielle Ca 17a-18, «Détermination des oligo-éléments dans de l'huile par spectroscopie d'émission optique à plasma à couplage inductif (méthode à 22 éléments)».				
Observation de caractère général de l'examineur 2: EN 15763:2009 (ICP-MS); Elemental Analysis Manual for Food and Related Products, U.S. Food and Drug Administration (Version 1.1, 2015) (ICP-MS).				
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de Crismer	AOCS Cb 4-35 et AOCS Ca 5a-40	Turbidité	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de Crismer	AOCS Cb 4-35 et AOCS Ca 5a-40	Calcul à partir de la composition individuelle des acides gras (chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques) et turbidité	I
Norme mondiale de l'industrie depuis 1935, validée par des droits acquis. Sans aucune donnée (de validation) publiée.				
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Différence entre la teneur théorique et la teneur réelle en triglycérides à ECN 42	COI/T.20/Doc. no. 20 ou AOCS Ce 5b-89	Analyse des triglycérides par chromatographie liquide à haute performance et calcul	I

Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Différence entre la teneur théorique et la teneur réelle en triglycérides à ECN 42	COI/T.20/Doc. no. 20	Calcul à partir des valeurs expérimentales des triacylglycérols avec un nombre de carbone équivalent de 42 (chromatographie en phase liquide) et de la valeur théorique des triacylglycérols avec un nombre de carbone équivalent de 42 (calculé à partir de la composition en acides gras obtenue par chromatographie en phase gazeuse). Calcul à partir de la composition individuelle des acides gras (chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques), des triacylglycérols (chromatographie en phase liquide) et de la composition théorique des triacylglycérols.	I
---	--	----------------------	--	---

Examineur I et le président du groupe de travail électronique: Dans la méthode AOCS Ce 5b-89 il manque le calcul de la disposition.

Examineur II: Étendue de la méthode COI: « Détermination de la différence absolue entre les valeurs expérimentales des triacylglycérols (TAG) avec un nombre de carbone équivalent de 42 (ECN42HPLC) obtenues par détermination dans l'huile par chromatographie liquide à haute performance et la valeur théorique des TAG avec un nombre de carbone équivalent de 42 (ECN 42 théorique) calculé à partir de la composition en acides gras. »

Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Érythrodiol et uvaol	COI/T.20/Doc.no. 30	Chromatographie en phase gazeuse	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Érythrodiol et uvaol	COI/T.20/Doc.no. 26	Calcul du pourcentage relatif de la somme de l'érythrodiol et de l'uvaol par rapport à la somme de tous les stérols, l'érythrodiol et l'uvaol. Chromatographie sur couche mince (CCM) et chromatographie en phase gazeuse (CG) (esters triméthylsilyles)	II

Examineur: Selon COI/T.15/NC No 3 / Rev. 14 cette méthode a été mise à jour sous le titre de COI / T.20 / Doc. non. 26 (Rév.4 2018 DÉTERMINATION DE LA COMPOSITION ET DE LA TENEUR EN STÉROL ET DES COMPOSÉS ALCOOLIQUES PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE SUR COLONNE CAPILLAIRE).

Le président du groupe de travail électronique: Des données de validation sont à disposition pour toutes les analytes pertinentes

***La référence ISO 5725-5 est répertoriée pour 1994, mais depuis elle a été mise à jour pour 1988.**

Matières grasses tartinables et mélanges tartinables	Teneur en matières grasses	ISO 17189 IDF 194	Gravimétrie	†
Matières grasses tartinables et mélanges tartinables	Matière grasse totale	ISO 17189 IDF 194	Gravimétrie Détermination directe des matières grasses par extraction au moyen d'un solvant	I

Le président du groupe de travail électronique: Des données de validation pour le beurre, la matière grasse laitière à tartiner et les huiles végétales sont à disposition. Terminologie utilisée par le groupe de travail électronique pour les produits laitiers.

Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 1a-13	Chromatographie gaz-liquide sur colonne capillaire	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 2-66	Préparation des esters méthyliques d'acides gras	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 2-66 et AOCS Ce 1a-13	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	IV

Conclusions principales de l'examinateur I, partie I. Méthodes complémentaires - AOCS Ce 1a-13 (Détermination des acides gras dans les huiles et graisses comestibles par GLC capillaire) et Ce 2-66 (Préparation des esters méthyliques des acides gras). Un certain nombre de méthodes combinées de produit – huiles de poisson – et de disposition – acides gras – sont répertoriées dans la norme CXS234: 2019, mais actuellement elles sont toutes approuvées en tant que méthodes de type III. Ainsi, une méthode de type II doit être approuvée, mais en l'absence de données sur les performances de la méthode ou des données SLV/MLT, nous ne pouvons pas recommander «AOCS Ce 1a-13 et AOCS Ce 2-66» comme méthodes complémentaires. En plus, avec l'approbation d'une ou de plusieurs méthodes de type II appropriées, et considérant que «AOCS Ce 1a-13 et AOCS Ce 2-66» ont été utilisées traditionnellement, cette ou ces méthodes pourraient être considérées comme de type IV.

Les conclusion principales de l'examinateur I, partie II. La méthode n'est pas validée correctement. Les données sur les performances ou les données SLV/MLT sont disponibles pour cette méthode, mais il est indiqué dans la note 8 que «les valeurs représentatives se trouvent dans les tableaux contenus dans AOCS Ce 1h-05, Ce 1i-07 et Ce 1j-07». Cependant, les méthodes spécifiées en tant que valeurs représentatives ne sont pas identiques à «AOCS Ce 1a-13 et AOCS Ce 2-66» qui ont des normes internes, etc. très différentes. La méthode AOCS Ce 1i-07 figure dans la norme CXS 234 comme de remplacement et elle est soutenue par «L'analyse statistique de l'étude coopérative à l'appui de la méthode officielle AOCS Ce 1i-07: Détermination des acides gras saturés, des cis-monoinsaturés et des cis-polyinsaturés dans les huiles marines et autres contenant des acides gras polyinsaturés à longue chaîne par chromatographie gaz-liquide sur colonne capillaire.

Examinateur II: La méthode Ce 1a-13 offre des orientations assez générales concernant l'analyse par chromatographie en phase gazeuse et elle est identifiée pour l'analyse des huiles et graisses végétales ou celles des non-ruminants, donc elle peut ne pas être une bonne méthode à citer sauf quand elle est combinée avec une méthode élaborée pour traiter la matrice (par ex. la méthode Ce 1i-7 pour les huiles de poisson). On pourrait renoncer éventuellement à prendre en considération la combinaison des méthodes Ce 2-66 et Ce 1a-13 pour les huiles de poisson, étant donné qu'autrement il faudrait inclure 2 méthodes d'analyse (Ce 1a-13 et Ce 1i-07) pour obtenir le résultat pour les huiles de poisson.

Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 1b-89	Chromatographie gaz-liquide (CGL)	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 1b 89	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	III

Conclusion principale de l'examinateur I: Le tableau 1 de la norme CXS 329-2017 exige une couverture des acides gras de C14:0 à C22:6 (n-3) et une plage de concentration entre le seuil non détectable (définie comme <0,05% ce qui est vraisemblablement la concentration LD requise) jusqu'à 42,5% exprimée en pourcentage du total des acides gras. Cependant, les méthodes AOCS Ce 1a-13 et AOCS Ce 2-66 ne fournissent aucune donnée SLV/MLT sur la performance des méthodes, indiquant simplement que «des valeurs représentatives peuvent être trouvées dans les tableaux contenus dans

AOCS Ce 1h-05, Ce 1i-07 et Ce 1j-07 », ce qui n'est pas identique à l'affirmation que les méthodes « AOCS Ce 1a-13 et AOCS Ce 2-66 » ont des normes internes très différentes, etc. Un certain nombre de méthodes combinées de produit – huiles de poisson – et de disposition – acides gras – sont répertoriées dans la norme CXS234: 2019, mais actuellement elles sont toutes approuvées en tant que méthodes de type III. Ainsi, une méthode de type II doit être sélectionnée et approuvée, mais comme les données de performance / MLT (limite maximale) de la méthode AOCS Ce 1b-89 manquent à couvrir la plage de récupération, à fournir des données de précision concernant les matériaux de référence certifiés et à démontrer spécifiquement la conformité avec la limite de détection indiquée dans la norme CXS 329-2017, Tableau 1 - il est recommandé de la retenir comme méthode de type III.

Examinateur II: Concernant la méthode Ce 1b-89 il est suggéré de la remplacer par la méthode Ce 1i-07, compte tenu des statistiques relativement sommaires, etc.

Cette méthode est validée correctement, mieux que les méthodes de remplacement AOCS Ce 2-66 et AOCS Ce 1a-13.

Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 2b-11	Hydrolyse alcaline	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 2b-11 et AOCS Ce 1i-07 ou AOCS Ce 1j-07	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	III

Examinateur I: Cette méthode a besoin d'une méthode instrumentale «complémentaire» qui, pour les huiles marines, serait la méthode AOCS Ce 1i-07, mais pour les données MLT fournies, c'est plutôt la méthode Ce 1j-07. Les données de performance/MLT des méthodes AOCS Ce 2b-11 et Ce 1j-07 disponibles fournies avec la méthode AOCS Ce 2b-11 ne sont pas convaincantes, en particulier lorsque AOCS Ce 2b-11 suggère une méthode instrumentale « complémentaire » pour que les huiles marines correspondent à la méthode AOCS Ce 1i-07.

Examinateur II: Les méthodes Ce 2b-11 et Ce 1i-07 doivent être considérées comme de type III, car Ce 2b-11 est une méthode pour préparer des esters méthyliques dans les aliments finis, elle ne sera donc pas un choix aussi bon que la combinaison indiquée ci dessus et la méthode Ce 1i-07 pour des fins d'analyse, où il y a des données d'études coopératives. Méthodes Ce 2b-11 et Ce 1j-07: Notez que la méthode Ce 1j-07 est identifiée pour l'analyse des huiles d'origine inconnue, laitière ou de ruminants plutôt que pour l'analyse des huiles de poisson, et ainsi elle devrait être considéré plutôt comme une méthode de type III et non pas de type II. Pour DHA/EPA des données d'études coopératives sont disponibles.

Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 1-07	Chromatographie gaz-liquide sur colonne capillaire	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	ISO 12966-2	Chromatographie en phase gazeuse	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	ISO 5508	Chromatographie en phase gazeuse	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	ISO 12966-2 et ISO 12966-4 / AOCS Ce 2-66 et AOCS Ce 1i-07	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	II

Examinateur II: Les méthodes Ce 2-66 et Ce 1i-07 doivent être répertoriées comme de type II, car Ce 2-66 est une méthode de préparation des esters méthyliques dans toutes les huiles (à l'exception des matières grasses laitières), en combinaison avec la méthode Ce 1i-07 où on dispose de beaucoup de données issues des études coopératives, concernant spécifiquement les huiles de poisson.

Le président du groupe de travail électronique: Sujet à discussion, lors de l'approbation des méthodes pour les huiles de poisson. Il faut tenir compte des observations sur les méthodes AOCS Ce 2b-11 et AOCS Ce 2c-11 pour la préparation FAME. La méthode ISO 12966-3 est une alternative rapide à la méthode ISO 12966-2. La méthode Ce 1i-07 utilise Supercowax, la méthode ISO 12966-4 utilise SP-2560 ou CP-Sil 88. La méthode ISO 5508 a été remplacée par la méthode ISO 12966-4. La méthode ISO 12966-4 contient effectivement des données de validation sur les huiles de poisson, testées sur une colonne SP-2560. La méthode Ce 1i-07 contient des données de validation explicites pour les huiles de poisson, EE, l'huile de thon, Ara, DHA. La méthode ISO 12966-4 contient des données de validation par type d'acide gras (SAFA, MUFA, PUFA) ne spécifiant pas les huiles de poisson.

Observations complémentaires de l'examineur I : En fait, Masson et al. (2015)³ ont souligné que les acides gras des huiles de poisson sont complexes à séparer et à identifier, compte tenu de leur polarité différente liée à la longueur de la chaîne, des doubles liaisons de 2 à 6 et des isomères positionnels et géométriques avec le même nombre de carbone. Nous avons donc entrepris des travaux visant à améliorer la méthode AOCS Ce 1j-07 pour la composition en acides gras d'un mélange d'huile de soja et de tournesol, d'huile de poisson et de matière grasse du beurre, en recourant à un programme de température modifié, y compris la norme de référence GLC 463 (contenant 52 FAME avec une large spectre d'acides gras de 4:0 à 24:1) et nous avons obtenu de bons résultats pour le matériau de référence certifié BCR-163. Alors que Santercole et al. (2012) ont conclu que l'utilisation de colonnes de polyéthylène glycol (PEG) n'apporte pas de solution à la plupart des isomères géométriques d'acides gras insaturés et que de meilleurs résultats ont été obtenus en utilisant la colonne capillaire SP-2560 que la Supercowax -10, 30 m indiquée dans la méthode officielle AOCS Ce 1i-07 (AOCS, 2007a) pour les huiles marines. Pendant que Li et al. (2019) ont comparé les méthodes officielles AOCS Ce 2b-11 et AOCS Ce 2c-11 pour déterminer l'EPA et le DHA dans les aliments et les compléments alimentaires et ont constaté que la méthode AOCS Ce 2c - 11 donne des valeurs analysées beaucoup plus élevées, ce qui pourrait être attribuée à une ventilation plus complète de la matrice de l'échantillon et à la dérivatisation des acides gras. La validation ultérieure de l'extension de la matrice alimentaire de la méthode AOCS Ce 2c-11 a démontré que cette méthode produit des dosages vraies, ponctuelles, sensibles et précises de l'EPA, du DHA et des AGPI totaux, oméga-3 dans les aliments et les compléments alimentaires contenant de l'huile marine ajoutée, y compris ceux formulés avec des huiles émulsionnées et microencapsulées.

*AOCS Ce 1-07 devrait figurer sur la liste comme Ce 1i-07; AOCS Ce 2b-11 Référence #5 devrait lire J. Chromatogr. Sci. et non pas J. Chromat. Sci.; AOCS Ce 1a-13 Référence 7 est effectivement 2014: ISO 12966-1:2014 et non pas 2013, ISO/DIS 12966-1.

Huiles végétales portant un nom spécifique	Intervalles CGL de la composition en acides gras	ISO 5508 et ISO 12966-2; ou AOCS Ce 2-66 et Ce 1-62 ou Ce 1h-05	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Composition en acides gras	ISO 12966-2 et ISO 12966-4 / AOCS Ce 2-66 et AOCS Ce 1h-05	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	II
La méthode Ce 1-62 ne contient pas de données de validation, tandis que la méthode Ce 1h-05 contient des données de validation élaborées sur les huiles végétales et les huiles et graisses animales des non ruminants. Il est recommandé de retirer la méthode générale Ce 1-62 de la norme CXS 234 ou bien de la conserver comme méthode de type IV (en combinaison avec AOCS Ce 2-66).				
Graisses animales portant un nom spécifique	Intervalles CGL de la composition en acides gras	ISO 5508 et ISO 12966-2; ou AOCS Ce 2-66 et Ce 1e-91 ou Ce 1f-96	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	II
Graisses animales portant un nom spécifique	Composition en acides gras	ISO 12966-2 et ISO 12966-4 / AOCS Ce 2-66 et Ce 1f-96	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	II
La portée de la méthode AOCS Ce 1e-91 est applicable aux FAME obtenues à partir d'huiles et graisses végétales. Les graisses animales ne sont pas mentionnées dans la portée de la méthode, par conséquent, cette méthode doit être de type III (des données de validation sont disponibles). La méthode AOCS Ce 1f-96 "est spécialement conçu pour évaluer, par une seule procédure GLC capillaire, le niveau des isomères trans tels qu'ils se sont formés lors du raffinage (à haute température) ou lors de l'hydrogénation des huiles ou graisses végétales (voir Notes 1 et 2). La méthode peut également être utilisée pour déclarer tous les autres acides gras, par exemple pour obtenir les niveaux d'acides gras saturés (SAFA), d'acides gras monoinsaturés (AGMI) et d'acides gras polyinsaturés (AGPI) à partir du même échantillon et de la même analyse."				
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Solvants halogénés, traces	COI/T.20/Doc. no. 8	Chromatographie en phase gazeuse	II

³ Masson et al. (2015), Fatty acid composition of soybean/sunflower mix oil, fish oil and butterfat applying the AOCS Ce 1j-07 method with a modified temperature program, Grasas y Aceites, Vol 66, No 1 (2015)

Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Tétrachloroéthylène, traces	COI/T.20/Doc. no. 8	Chromatographie en phase gazeuse	II
<p>Examineur: La méthode n'a été testée que partiellement pour la disposition, la méthode n'est que partiellement validée et elle est probablement validée pour l'huile d'olive pour le tétrachloroéthylène uniquement. Section «5.3 Solvants halogénés» de la norme CXS_033e_2015 indique que ces produits doivent avoir «une teneur maximale de chaque solvant halogéné de 0,1 mg/kg, et une teneur maximale de la somme de tous les solvants halogénés de 0,2 mg/kg». La méthode évaluée ne mesure le contenu que d'un seul solvant halogéné, le tétrachloroéthylène. La note 8.1 indique que «la détermination du tétrachlorure de carbone, du 1,1,1 trichloroéthane, du dibromochlorométhane et du bromoforme a également été jugée satisfaisante». Aucune orientation n'est donnée sur la manière d'ajouter ces analytes à la méthode. En plus, le terme «satisfaisant» est de caractère qualitatif et aucune donnée de validation / performance n'est fournie. Il peut y avoir davantage de solvants halogénés dans ces produits, en plus du tétrachloroéthylène et des solvants halogénés indiqués dans la note 8.1, qu'il est impossible de mesurer en appliquant cette méthode, sauf si on étend sa portée. Par conséquent, la méthode peut ne pas convenir à la mesure précise de la «somme de tous les solvants halogénés».</p> <p>Le président du groupe de travail électronique: La disposition citée dans COI/T.20/Doc. No. 8 est (partiellement) validé pour le tétrachloroéthylène. Vu que c'est la seule méthode dans la norme CXS234, elle est de type II. Cela laisse la disposition «Solvants halogénés, traces» non couverte par aucune méthode de la norme CXS234. Il est suggéré que le Comité du Codex sur les Graisses et huiles (CCFO) fournisse au CCMAS une méthode qui couvre cette disposition.</p> <p>Dans COI/T.15/NC No 3/Rev. 14 normes commerciales applicables aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive 11.19: Détection de traces de solvants halogénés: Selon COI/T.20/Doc. No 8, "Détermination du tétrachloroéthylène dans les huiles d'olive par chromatographie gaz-liquide".</p>				
Huiles végétales portant un nom spécifique	Test de Halphen	AOCS Cb 1-25	Colorimétrie	I
Il n'y a pas de donnée de validation à disposition. Il s'agit d'une méthode ancienne, traditionnelle.				
Graisses et huiles (toutes)	Impuretés insolubles	ISO 663	Gravimétrie	†
Graisses et huiles (toutes)	Impuretés insolubles	ISO 663	Calcul à partir de la teneur totale en insolubles dans le n-hexane ou le pétrole léger. Gravimétrie, séchage à 103 °C	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Impuretés insolubles	ISO 663	Gravimétrie	†
Huiles végétales portant un nom spécifique	Impuretés insolubles	ISO 663	Calcul à partir de la teneur totale en insolubles dans le n-hexane ou le pétrole léger. Gravimétrie, séchage à 103 °C	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Impuretés insolubles dans le pétrole léger	ISO 663	Gravimétrie	†
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Impuretés insolubles	ISO 663	Calcul à partir de la teneur totale en insolubles dans le n-hexane ou le pétrole léger. Gravimétrie, séchage à 103 °C	I

***L'utilisation spécifique du pétrole léger pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive n'est pas mentionnée dans la méthode.**

Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice d'iode-	ISO 3961; ou AOAC 993.20; ou AOCS Cd-1d-92; ou NMKL 39-	Titrimétrie (méthode de Wijs)-	I-
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice d'iode	ISO 3961 / AOAC 993.20 / AOCS Cd 1d-92 / NMKL 39	Titrimétrie (méthode de Wijs)	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Indice d'iode (IV)-	ISO 3961; ou AOAC 993.20; ou AOCS Cd-1d-92-	Titrimétrie (méthode de Wijs)-	I-
Graisses animales portant un nom spécifique	Indice d'iode	ISO 3961 / AOAC 993.20 / AOCS Cd 1d-92 / NMKL 39	Titrimétrie (méthode de Wijs)	I

STAN 211-1999 ne spécifie pas NMKL 39, il est suggéré d'ajouter cette méthode.

Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice d'iode (IV)-	ISO 3961; ou AOAC 993.20; ou AOCS Cd-1d-92; ou NMKL 39-	Titrimétrie (méthode de Wijs)-	I-
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice d'iode	ISO 3961 / AOAC 993.20 / AOCS Cd 1d-92 / NMKL 39	Titrimétrie (méthode de Wijs)	I

Le président du groupe de travail électronique: Le produit "Graisses et huiles (toutes)" n'est pas spécifié pour cette disposition.

Graisses et huiles (toutes)	Plomb-	AOAC 994.02; ou ISO 12193; ou AOCS Ca-18c-91-	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)-	II-
Graisses et huiles (toutes)	Plomb	AOAC 994.02 / ISO 12193 / AOCS Ca 18c-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Plomb-	AOAC 994.02; ou ISO 12193; ou AOCS Ca-18c-91-	Absorption atomique-	II-
Huiles végétales portant un nom spécifique	Plomb	AOAC 994.02 / ISO 12193 / AOCS Ca 18c-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Plomb-	AOAC 994.02; ou ISO 12193; ou AOCS Ca-18c-91-	Spectrométrie d'absorption atomique (SAA)-	II-
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Plomb	AOAC 994.02 / ISO 12193 / AOCS Ca 18c-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II

Des méthodes identiques qui ont le même principe, qui comprennent les mêmes produits chimiques dans les mêmes concentrations, dans la même procédure / séquence et utilisent le même équipement de mesure, mais qui sont publiées par des organismes de normalisation différents et écrites dans des styles différents (bien qu'il y a quelques différences vraiment mineures qui, je crois, ont été incluses au cas par cas, lors des révisions successives). Tout semble avoir été tirés et publié à nouveau à partir du document 'Standard Methods for the Analysis of Oils, Fats and Derivatives, International Union of Pure and Applied Chemistry, 7e éd., Blackwell Scientific Publications, 1987, Méthode IUPAC 2.632. Les méthodes sont basées sur

les mêmes données de validation de la méthode IUPAC.

Méthodes validées par 1 matière grasse (beurre de cacao) et par 1 huile (huile de soja). Aucune graisse animale ou huile d'olive n'a été utilisée dans l'étude interlaboratoires de validation. Toutes les trois méthodes (AOAC, ISO, AOCS) partagent les données de validation (Pure & Appl. Chem., Vol. 63, No. 8, pp. 1183-1190, 1991.). Il est suggéré au CCMAS d'établir des critères de performance.

Observation de caractère général de l'examinateur 2: EN 15763:2009 (ICP-MS); Elemental Analysis Manual for Food and Related Products, U.S. Food and Drug Administration (Version 1.1, 2015) (ICP-MS).

Graisses et huiles (toutes)	Substances volatiles à 105 °C	ISO 662	Gravimétrie (séchage a l'air)	†
Graisses et huiles (toutes)	Humidité et substances volatiles	ISO 662	Gravimétrie, séchage à 105 °C	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Humidité et substances volatiles à 105 °C	ISO 662	Gravimétrie	†
Huiles végétales portant un nom spécifique	Humidité et substances volatiles	ISO 662	Gravimétrie, séchage à 105 °C	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Humidité et substances volatiles	ISO 662	Gravimétrie	†
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Humidité et substances volatiles	ISO 662	Gravimétrie, séchage à 105 °C	I

*La référence ISO 5725:1986 a depuis été mise à jour pour devenir l'ISO 5725:1994/1998.

Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Propriétés organoleptiques	COI/T.20/Doc. no. 15	Tests	†
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Propriétés organoleptiques	COI/T.20/Doc. no. 15	Analyse sensorielle par dégustateurs expérimentés	I

La norme ne présente pas des informations de validation.

*La méthode est uniquement pour les huiles d'olive vierge. Référence COI / T.28 / Doc. No. 1 September 2007 a depuis été révisée pour devenir COI / T.28 / Doc. No.1 Rev. 3 2018. Référence COI/T.20/Doc. No.14 Rev.3 November 2011 a depuis été révisée pour devenir COI/T.20/Doc. No. 14 Rev. 5 June 2018. Référence ISO/IEC 17025:05 a depuis été révisée pour devenir ISO/IEC 17025:2017.

Huiles de poisson	Indice de p-anisidine	Pharmacopée européenne 2.5.36 / AOCS Cd 18-90 / ISO 6885	Spectrophotométrie	I
-------------------	-----------------------	--	--------------------	---

La méthode ISO 6885 contient des données de validation pour les huiles de poisson, la méthode AOCS Cd 18-90 contient des données de validation pour l'huile de colza brute et l'huile de palme raffinée, la Pharmacopée européenne 2.5.36 ne contient aucune donnée de validation.

*Les méthodes ne partagent pas les mêmes données de validation. Pour AOCS Cd 18-90 référence #3 devrait figurer comme 51:17, et non pas 51:17.

Graisses et huiles non mentionnées spécifiquement dans les normes	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90	ISO 3960	Titrimétrie utilisant l'isooctane	†
--	-------------------------------	--------------------------	---------------------	--	--------------

Graisses et huiles non mentionnées spécifiquement dans les normes	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90 / ISO 3960	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90; ou ISO 3960	Titrimétrie utilisant l'isooctane	†
Graisses animales portant un nom spécifique	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90 / ISO 3960	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice de peroxyde	ISO 3960; ou AOCS Cd 8b-90	Titrimétrie	†
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90 / ISO 3960	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Examineur II suggère COI/T.20/DOC. No. 35. Cette méthode n'a pas été approuvée par le CCMAS ni pour cette disposition, ni pour ce produit (le président du groupe de travail électronique).				
Examineur I: La méthode COI / T.20 / Doc. no. 35 / Rev.1 utilise du chloroforme pour l'analyse des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive et elle n'est pas considérée comme équivalente ou identique à la méthode AOCS et ISO.				
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de peroxyde (PV)	AOCS Cd 8b-90; ou ISO 3960	Titrimétrie	†
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90 / ISO 3960	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Norme industrielle mondiale; les méthodes utilisent des versions différentes de données issues des études coopératives.				
Huiles de poisson	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90 / ISO 3960 / NMKL 158	Titrage	†
Huiles de poisson	Indice de peroxyde	Pharmacopée européenne 2.5.5 (Partie B, Isooctane comme solvant)	Titrage	†
Huiles de poisson	Indice de peroxyde	AOCS Cd 8b-90 / ISO 3960 / NMKL 158 / Pharmacopée européenne 2.5.5	Titrimétrie (colorimétrique)	I
La pharmacopée européenne 2.5.5 partie B utilise du triméthylpentane au lieu de l'isooctane, mais cette méthode est toujours considérée comme identique. Seules les méthodes identiques de type I doivent être approuvées.				
*Pour AOCS Cd 8b-90, définir les "graisses et huiles normales" dans l'étendue de la méthode. Les méthodes ne partagent pas les mêmes données de validation.				
Huiles de poisson	Phospholipides	USP-FCC 10-2S (huile de Krill): Phospholipides, Résonance Magnétique Nucléaire (RMN), Appendice IIC	Spectroscopie RMN	†
Huiles de poisson	Phospholipides	USP-FCC 11 1S	Spectroscopie RMN	IV
La méthode exige un équipement et une analyse appropriés. L'expérience mondiale peut être limitée. Les données de validation ont été publiées dans FCC et certaines données d'étude dans une publication d'AOCS. Les données USP-FCC sont considérées en tant que propriété intellectuelle, sans accès en général. NMR est considéré comme une technologie principale, donc le type de méthode n'est pas de type I - la méthode pourrait être de type II				

(car il n'y en a pas d'autre) ou de type IV (capacité limitée et toujours en cours de développement).

*La méthode telle que reçue par USP est répertoriée comme USP-FCC 11 1S et non pas USP-FCC 10 2S. La méthode ne contient pas de données de validation ou de précision.

Graisses animales portant un nom spécifique	Indice de réfraction	ISO 6320; ou AOCS Cc 7-25	Réfractométrie	II
Graisses animales portant un nom spécifique	Indice de réfraction	ISO 6320 / AOCS Cc 7-25	Réfractométrie	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de réfraction	ISO 6320; ou AOCS Cc 7-25	Réfractométrie	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de réfraction	ISO 6320 / AOCS Cc 7-25	Réfractométrie	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice de réfraction	ISO 6320; ou AOCS Cc 7-25	Réfractométrie	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice de réfraction	ISO 6320 / AOCS Cc 7-25	Réfractométrie	II

Selon la norme CXS 234 la réfractométrie, concernant ses autres utilisations, sert à mesurer les «solides solubles» qui ne représentent pas un composé bien défini. Par conséquent, le résultat ne consiste pas vraiment à quantifier une ou des analytes connues, il consiste simplement à utiliser une mesure physique et à l'appliquer à ce groupe (solides solubles). Tout comme dans le cas de la cendre et de l'humidité. Dans son utilisation selon la méthode l'AOCS Cc 7-25, l'indice de réfraction est mesuré et une référence est utilisée pour y assister. Il existe d'autres méthodes capables de mesurer l'indice de réfraction lorsque la réponse ne dépend pas de la technique, par conséquent la méthode est de type II.

Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de Reichert et indice de Polenske	AOCS Cd 5-40	Titrimétrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de Reichert et indice de Polenske	AOCS Cd 5-40	Calcul à partir d'acides gras volatiles solubles et insolubles. Titrimétrie (colorimétrique)	I

Observation de l'examineur: Pourquoi l'indice de Kirschner (c'est-à-dire l'acide butyrique) n'est-elle pas ajoutée ici, à côté de l'indice de Reichert-Meissl (acides gras volatils solubles) et de l'indice de Polenske (acides gras volatils insolubles)?

Graisses animales portant un nom spécifique	Indice de saponification	ISO 3657; ou AOCS Cd 3-25	Titrimétrie	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Indice de saponification	ISO 3657 / AOCS Cd 3-25	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice de saponification	ISO 3657; ou AOCS Cd 3-25	Titrimétrie	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Indice de saponification	ISO 3657 / AOCS Cd 3-25	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Huiles végétales portant un	Indice de saponification (SV)	ISO 3657; ou AOCS Cd 3-25	Titrimétrie	I

nom spécifique-				
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de saponification	ISO 3657 / AOCS Cd 3-25	Titrimétrie (colorimétrique)	I
Les deux méthodes devraient être considérées comme identiques. Elles ont comme base le même principe et elles utilisent les mêmes produits chimiques. Il y a quelques différences mineures et négligeables dans les deux procédures, la concentration de la solution de KOH dans l'éthanol est légèrement différente, mais elle n'affecte pas les résultats. Les deux méthodologies sont publiées par des organismes de normalisation différents et elles sont rédigées dans des styles différents. La validation des deux méthodes est basée sur une étude coopérative menée par DIN en 2000. Les résultats de cette étude ont été inclus dans les deux méthodes, ce qui implique qu'il n'y a pas de différence entre les deux procédures.				
Huiles végétales portant un nom spécifique-	Point d'écoulement-	ISO 6321 pour toutes les huiles; AOCS Cc 3b-92 pour toutes les huiles sauf les huiles de palme; AOCS Cc 3-25 pour les huiles de palme uniquement-	Tube capillaire à bouts ouverts-	I-
Huiles végétales portant un nom spécifique	Point d'écoulement	ISO 6321 / AOCS Cc 3b-92 pour toutes les huiles sauf les huiles de palme, ou AOCS Cc 3-25 pour les huiles de palme uniquement	Tube capillaire à bouts ouverts	I
Graisses et huiles (toutes)-	Teneur en savon-	ISO 10539; ou AOCS Ch 17-95-	Gravimétrie-	I-
Huiles végétales portant un nom spécifique-	Teneur en savon-	BS 684 Section 2.5 retirée en faveur de BS-EN ISO 10539 ou AOCS Cc 17-95-	Gravimétrie-	I-
Graisses et huiles (toutes)	Teneur en savon	ISO 10539; ou AOCS Ch 17-95	Titrimétrie (colorimétrique)	I
La méthode ISO 10539 contient des données de validation, la méthode AOCS Cc fait référence à ce qui suit: "Une étude menée auprès de sept organisations industrielles a indiqué que cette méthode ne convient qu'aux huiles raffinées. Yukagaku (Japon) 39:1056 (1990)". Considérant que ces deux méthodes existent depuis bien longtemps, elles sont considérées comme identiques, donc de type I. On ne comprend pas pourquoi une ligne distincte a été créée pour les "huiles végétales portant un nom spécifique".				
*La méthode AOCS Cc 17-95 ne s'applique qu'aux huiles raffinées et non pas aux huiles brutes. La méthode AOCS Cc 17-95 ne dispose pas de données de validation mais fait référence à la méthode CAC/RM 13-1969 du Codex Alimentarius qui n'a pas pu être retrouvée.				
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive-	Composition en stérols et stérols totaux-	COI/T.20/Doc. no. 30; ou ISO 12228-2; ou AOCS Ch 6-91-	Chromatographie en phase gazeuse-	II-
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Composition en stérols et stérols totaux	COI/T.20/Doc. no. 26 / ISO 12228-2 / AOCS Ch 6-91	Chromatographie sur couche mince (CCM) et chromatographie en phase gazeuse (CG)	II
*CXS33-1981 répertorie COI/T.20/Doc.no. 10 comme méthode pour les stérols, mais COI/T.20/Doc. No. 30 figure ci-dessus. Les membres de IOC/COI indiquent que Doc. no.10 et Doc. no. 30 ne sont plus utilisées et elles sont remplacées par COI /T.20/Doc.No. 26. Doc.no.26 faisait l'objet d'un examen.				
Huiles végétales portant un nom spécifique-	Teneur en stérols-	ISO 12228; ou AOCS Ch 6-91-	Chromatographie en phase gazeuse-	II-
Huiles végétales portant un nom spécifique	Composition en stérols et stérols totaux	ISO 12228-1 / AOCS Ch 6-91	Chromatographie sur couche mince (CCM) et chromatographie en phase gazeuse (CG)	II

Examineur I: ISO 12228 est maintenant retirée. ISO 12228-1 spécifie une procédure de détermination par chromatographie en phase gazeuse de la teneur en stérols et de la composition des stérols dans les graisses et huiles animales et végétales. Cependant, la détermination de la teneur en stérols et de la composition des stérols dans les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive doit être effectuée en utilisant l'ISO 12228-2. ISO 12228-2 spécifie une procédure de détermination par chromatographie en phase gazeuse de la teneur en stérols et de la composition des stérols et de dialcools triterpéniques dans les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive. Pour déterminer la teneur en stérols et la composition des stérols dans toutes les autres graisses et huiles animales et végétales, la méthode ISO 12228-1 doit être utilisée.

Examineur II: Les méthodes COI/T.20/Doc. no. 30 et ISO 12228-2 (Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive) sont identiques. La méthode COI peut également être utilisée pour tester d'autres huiles et graisses. La méthode AOCS Ch 6-91 a le même principe, elle utilise presque les mêmes produits chimiques avec quelques solvants différents pour TLC. Il y a quelques différences concernant les conditions de la chromatographie gas-liquide (GLC) comme la colonne capillaire. Les méthodes COI/T.20/Doc. no. 30 et ISO 12228-2 partagent les données de validation. Pour AOCS Ch 6-91 il manque les données de référence.

Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Stigmastadiènes	COI/T.20/Doc. no. 11; ou ISO 15788-1; ou AOCS Cd 26-96	Chromatographie en phase gazeuse	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Stigmastadiènes	COI/T.20/Doc. no. 11 / ISO 15788-1 / AOCS Cd 26-96	Chromatographie préparative sur colonne et chromatographie en phase gazeuse	II

Ajout du président du groupe de travail électronique aux observations de l'examineur I: Les méthodes partagent les données de validation, les principes sont identiques.

L'examineur II propose d'ajouter la méthode COI/T.20/Doc. no. 16 (rev. 2 détermination des stérènes dans les huiles végétales raffinées). La méthode COI/T.20/Doc. no. 11 a une plage de 0,01 à 4,0 mg/kg tandis que la méthode COI/T.20/Doc. no. 16 a une plage de fonctionnement de > 4,0 mg/kg.

*Pour AOCS Cd 26-96 référence COI/T.20/Doc. No.11 Rev.2 2001 a depuis été révisée pour devenir Rev.3 2017. Pour COI/T.20/Doc. No.11 la référence à l'ISO 5725-5 est répertoriée pour 1994, mais depuis elle a été mise à jour pour 1988.

Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Stigmastadiènes	ISO 15788-2	Chromatographie liquide à haute performance (CLHP)	III
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Stigmastadiènes	ISO 15788-2	Chromatographie préparative sur colonne et chromatographie en phase gazeuse	III
Graisses animales portant un nom spécifique	Titre	ISO 935; ou AOCS Cc 12-59	Thermométrie	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Titre	ISO 935	Thermométrie	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Titre	AOCS Cc 12-59	Thermométrie	IV

Aucune des deux méthodes ne dispose de données de validation. Cependant, les deux sont des méthodes anciennes, traditionnelles, largement acceptées. Les deux méthodes ne sont ni identiques ni complémentaires. Les deux méthodes partagent le même principe et elles sont assez similaires, mais il y a des différences essentielles entre elles. Essentiellement, la méthode ISO 935:1988 décrit un seul réglage d'appareil qui permet de mesurer les valeurs-titre supérieures à 30°C. La méthode AOCS Cc 12-59 nécessite l'assemblage de deux appareils différents: un pour les valeurs-titre inférieures à 35°C et un pour les valeurs-titre supérieures à 35°C. Il existe également d'autres différences dans la préparation des échantillons. Par exemple, ISO

935:1988 (section 9.1) exige de neutraliser les acides gras libres avec une solution d'acide sulfurique (généralement 50 ml) jusqu'à atteindre un pH neutre, vérifié avec de l'orange méthylique, puis de laver 3 fois avec 150 ml de solution chaude de chlorure de sodium. Différemment, la méthode AOCS Cc 12-59 nécessite l'ajout de 50 ml de solution d'acide sulfurique sans vérifier le pH final (sans doute tournant à l'acide, 1 (c)), puis laver les acides gras libres en ajoutant une quantité non spécifiée d'eau et en faisant bouillir (1 (d)), et répéter la dernière étape jusqu'à ce que l'eau de lavage soit neutre (1 (e)). De plus, dans ISO 935:1988, les acides gras libres purifiés sont séchés par mélange avec 5 grammes de sulfate de sodium anhydre (dernière étape 9.1). Dans AOCS Cc 12-59, les acides gras libres sont séchés par chauffage à 130°C pendant une durée non spécifiée (1 (g)). La méthode ISO 935:1988 doit rester de type I, tandis que la méthode l'AOCS Cc 12-59 doit devenir de type IV. Comme décrit ci-dessus, les deux méthodes ne sont pas identiques et aucune ne comprend de données de validation. La méthode ISO 935:1988 (applicable aux valeurs-titre supérieures à 30°C) décrit une procédure unique pour déterminer le titre de tous les produits déclarés dans CXS 211-1999 (32-49°C); AOCS Cc 12-59 nécessite à la place d'utiliser un appareil pour les valeurs-titre supérieures à 35°C, et un autre pour les valeurs-titre inférieures à 35°C. Dans certains cas, AOCS Cc 12-59 n'indique pas des quantités précises de réactifs / solvants (par exemple, de l'eau pour laver les acides gras libres) ou des durées (par exemple, combien de temps les acides gras libres sont séchés à 130°C). En conséquence, la méthode ISO 935:1988 devrait être préférée à AOCS Cc 12-59.

Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Teneur en acides gras trans	COI/T.20/Doc no. 17; ou ISO 15304; ou AOCS Ch 2a-94	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Teneur en acides gras trans	COI/T.20/Doc. no. 33	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Teneur en acides gras trans	ISO 15304	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	III
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Teneur en acides gras trans	AOCS Ch 2a-94	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	III

Examineur I: Les méthodes ISO 15304 et AOCS Ch 2a-94 ne sont pas dédiées aux mesures d'huile d'olive. Toutes les deux méthodes contiennent des données de validation pour les huiles d'olive. L'AOCS 2a-94 contient un échantillon de validation composé d'un mélange d'huile d'olive raffinée, d'huile de grignons d'olive raffinée, d'huile de soja raffinée et d'huile d'olive vierge lampante. L'ISO 15304 ne contient aucune donnée de validation pour les huiles de grignons d'olive. Les deux méthodes doivent donc être classées comme Type III, car la méthode COI est dédiée aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive et elle dispose de données de validation pour ces huiles.

Examineur II: La disposition devrait être intitulée «Composition et teneur en acides gras et en acides gras *trans*».

*La norme CXS 33-1981 indique que l'AOCS Ce 1f-96 est une méthode pour les acides gras trans, mais elle n'est pas répertoriée ici. Les membres de IOC/COI indiquent que COI/T.20/Doc. no. 17 n'est plus utilisée et elle est remplacée par COI/T.20/Doc. No. 33 ; Doc. no. 33 faisait l'objet d'un examen. Les méthodes sont techniquement équivalentes. Il est recommandé de reclasser l'ISO 15304 en type III au lieu du type II car l'étude de validation n'inclut pas les huiles de grignons d'olive et que la méthode COI/T.20/Doc. No. 33 convient mieux à mesurer les acides gras trans. Il est également recommandé de reclasser l'AOCS Ch 2a-94 en type III au lieu du type II, car la méthode est une "pratique recommandée" et non pas une méthode officielle et que les données de validation ne contiennent pas les huiles d'olive vierge ou de grignons d'olive. Il est également recommandé de remplacer AOCS 2a-94 par AOCS 1h-05 en tant que méthode de type III pour l'analyse des acides gras.

Le président du groupe de travail électronique: Contrairement à la méthode AOCS Ch2a-94, AOCS Ce 1h-05 ne contient pas de données de validation pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive. La méthode AOCS Ce 1f-96, comme il est indiqué dans la norme CXS 33-1981, contient des données de validation pour l'huile d'olive. Il est recommandé au CCMAS d'évaluer l'approbation des deux méthodes AOCS pour cette disposition de produits en tant que méthodes de type III.

Huiles de poisson	Triglycérides	AOCS Cd 11d-96	GLHP-ELSD	III
-------------------	---------------	----------------	-----------	-----

Huiles de poisson	Triglycérides	AOCS Cd 11d-96	Chromatographie en phase liquide (ELSD)	II
Huiles de poisson	Triglycérides	Pharmacopée européenne 1352 (Triglycérides d'acide Oméga-3) Oligomères et glycéride partiel	CLHP-IR	III
Huiles de poisson	Triglycérides	Pharmacopée européenne 1352	Chromatographie en phase liquide (RI)	III
Huiles de poisson	Triglycérides	USP 40-NF35 (Triglycérides d'acide Oméga-3): Teneur en oligomères et glycéride partiel	CLHP-IR	III
Huiles de poisson	Triglycérides	USP 40-NF35	Chromatographie en phase liquide (RI)	III

Examineur I: Les méthodes utilisent la chromatographie d'exclusion stérique et différents détecteurs CLHP. Les méthodes utilisent différents détecteurs, cependant, avec l'utilisation des normes de référence, les méthodes peuvent être étalonnées. Les données de performance EP et FCC ne sont pas disponibles. La méthode AOCS dispose d'une large quantité de données de validation dans la méthode. Une méthode devrait être choisie comme Type II par les parties prenantes concernées, dans ce cas, comme les données de validation sont disponibles, la méthode AOCS est proposée comme méthode de Type II.

Examineur II: Il est suggéré que la méthode Cd 11d-96 soit classée de type II étant donné la nette séparation des triglycérides des autres.

*** La méthode AOCS Ca 6b-53 comprend les essais pour mono et diglycérides et non pas pour triglycérides et en plus elle ne mentionne pas spécifiquement que l'essai concerne les huiles de poisson.**

Graisses animales portant un nom spécifique	Matière insaponifiable	ISO 3596; ou ISO 18609; ou AOCS Ca 6b-53	Titrimétrie après extraction à l'éther diéthylique	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Matière insaponifiable	ISO 3596 / ISO 18609 / AOCS Ca 6b-53	Gravimétrie, séchage à 103 °C et titrimétrie (colorimétrie)	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Matière insaponifiable	ISO 3596; ou ISO 18609; ou AOCS Ca 6b-53	Gravimétrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Matière insaponifiable	ISO 3596 / ISO 18609 / AOCS Ca 6b-53	Gravimétrie, séchage à 103 °C et titrimétrie (colorimétrie)	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Matière insaponifiable	ISO 3596; ou ISO 18609; ou AOCS Ca 6b-53	Gravimétrie	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Matière insaponifiable	ISO 3596 / ISO 18609 / AOCS Ca 6b-53	Gravimétrie, séchage à 103 °C et titrimétrie (colorimétrie)	I

ISO 3596 et AOCS Ca 6b-53 sont identiques; ISO 18609 utilise un autre solvant. Les trois méthodes ne sont pas correctement validées et ne répondent pas à tous les critères de validation des méthodes requises par le CCMAS.

***ISO 3596 et AOCS Ca 6b-53 présentent des différences dans le poids de l'échantillon et dans les volumes d'extraction.**

Huiles de poisson	Vitamine A	EN 12823-1 (Détermination de la vitamine A par chromatographie en phase liquide à haute performance - Partie 1: Mesure du rétinol-E tout et du rétinol-13-Z)	Chromatographie en phase liquide	III
-------------------------------------	-----------------------	---	---	----------------

Huiles de poisson	Vitamine A	Pharmacopée européenne, Monographie sur l'huile de foie de morue (type A), monographie 01/2005: 1192, avec point de terminaison LC 2.2.29.	Chromatographie en phase liquide	III
Huiles de poisson	Vitamine A (rétinol-E tout et rétinol-13-Z)	EN 12823-1	Chromatographie en phase liquide	II
Huiles de poisson	Vitamine A (rétinol-E tout)	Pharmacopée européenne 2398	Chromatographie en phase liquide	III
La méthode EN 12823 a été validée dans une étude interlaboratoires avec des échantillons de margarine et de lait en poudre avec des niveaux de rétinol-E tout allant de 653 µg/100 g à 729 µg/100 g et avec des niveaux de rétinol-13-Z allant de 30 µg/100 g à 39 µg/100 g, aucune donnée de validation d'huile de poisson n'est disponible. La méthode EP 2398 est appliquée à l'huile de foie de morue et avec son domaine d'application pour la vitamine A de 1500 µg/100 g à 15000 µg/100 g, en prenant en compte uniquement le rétinol tout trans. Il n'y a pas de donnée de validation à disposition. La méthode EN devrait donc être de type II et la méthode EP de type III.				
Huiles de poisson	Vitamine D	EN 12821 (Détermination de la vitamine D par chromatographie en phase liquide à haute performance - Mesure du cholécalciférol (D3) ou de l'ergocalciférol (D2))	Chromatographie en phase liquide	III
Huiles de poisson	Vitamine D	NMKL 167 (cholécalciférol (vitamine D3) et ergocalciférol (vitamine D2). Détermination par CLHP dans les produits alimentaires	Chromatographie en phase liquide	III
Huiles de poisson	Vitamine D (Vitamine D2 et D3)	EN 12821 / NMKL 167	Calcul à partir de la concentration en vitamine D2 ou D3, chromatographie préparative sur colonne et chromatographie en phase liquide	II
Les deux méthodes sont similaires et partagent les mêmes données de validation concernant les huiles de poisson et elles peuvent donc être considérées comme identiques. La méthode EN12821 a été validée par des essais interlaboratoires sur des échantillons enrichis et non enrichis tels que la margarine, le lait, le lait en poudre, les préparations liquides pour nourrissons, l'huile de cuisson et l'huile de poisson à des niveaux de 0,4 µg/100 g à 14 µg/100 g (soit 0,004 mg/kg à 0,14 mg/kg). La méthode EN12821 contient donc des données de validation supplémentaires, mais aucune donnée supplémentaire sur le produit ici concerné. Comme il n'y a pas de méthode de type II définie et que les deux méthodes sont identiques, il est conseillé d'approuver les deux méthodes comme de type II.				
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Teneur en cire	COI/T.20/Doc. no. 18; ou AOCS Ch 8-02	Chromatographie en phase gazeuse	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Teneur en cire	COI/T.20/Doc. no. 28 / AOCS Ch 8-02	Chromatographie en phase gazeuse	II
Examineur: Selon COI/T.15/NC No.3/Rev.14 Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive section 11.20: «Détermination de la teneur en cires et en esters alkyles, selon COI/T.20/Doc. No 28/Rev.2, «Détermination de la teneur en cires, en esters méthyliques d'acides gras et en esters éthyliques d'acides gras par Chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire ».				
*Pour COI/T.20/Doc. No.18 la référence à l'ISO 5725-5 est répertoriée pour 1994, mais depuis elle a été mise à jour pour 1988.				

APPENDICE III

PARTIE A - MÉTHODES D'ANALYSE PAR CATÉGORIES ET NOMS DE PRODUITS

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Huiles végétales portant un nom spécifique	Densité apparente	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié; ou AOCS Cc 10c-95	Pycnométrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Densité apparente	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié / AOCS Cc 10c-95	Pycnométrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Densité relative	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié; ou AOCS Cc 10c-95	Pycnométrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Densité relative	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié / AOCS Cc 10c-95	Pycnométrie	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Densité relative	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié; ou AOCS Cc 10c-95	Pycnométrie	I
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Densité relative	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié / AOCS Cc 10c-95	Pycnométrie	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Densité relative	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié; ou AOCS Cc 10c-95	Pycnométrie	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Densité relative	ISO 6883, avec le facteur de conversion approprié / AOCS Cc 10c-95	Pycnométrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Caroténoïdes, totaux	BS 684 Section 2.20	Spectrophotométrie	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Caroténoïdes, totaux	BS684-2.20	Spectrophotométrie	II

APPENDICE IV

LISTE DES PARTICIPANTS

PRÉSIDENT

Yannick Weese
Pays-Bas

Australie

Richard Coghlan

Brésil

Lígia Lindner Schreiner

Canada

Thea Rawn

Costa Rica

Karla Rojas Arrieta
Melina Flores Rodriguez

Croatie

Darija Vratarić

Égypte

Mariam Barsoum Onsy

Allemagne

Katrin Franks
Ludger Bruehl

Hongrie

Zita Ablonczy
Gyula Bagdi
Kriszta Frányó

Inde

R.B.N Prasad

Indonésie

Yusmaria Novelina

Irak

Akram Dawood Ibrahim

Maroc

Mounir Rahlaoui
Quazzani Sanae

Nigéria

Oyetola Moradeke Toyosi

Pays-Bas

Paul Bontenbal
Henk van der Schee

Pérou

Alfredo Barrantes
Gloria Atala Castillo Vargas
Juan Carlos Huiza Trujillo

Pologne

Joanna Maryniak-Szilarska

Serbie

Marija Vujić-Stefanović

Espagne

Beatriz Baena Ríos

Thaïlande

Chanchai Jaengsawang
Rungrassamee Mahakhaphong

Royaume-Uni

Bhavna Parmar

États-Unis d'Amérique

Gregory Noonan

Vietnam

Tran Cao Son

Observateurs**AOCS**

Scott Bloomer
Denise Williams

FOSFA International

Gretel Bescoby

US Pharmacopoeia

Kristie Laurvick

FEDIOL

Tiziana Viotto