



FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS
ORGANISATION DES NATIONS UNIES POUR L'ALIMENTATION ET L'AGRICULTURE
ORGANIZACION DE LAS NACIONES UNIDAS PARA LA AGRICULTURA Y LA ALIMENTACION
Rome, Viale delle Terme di Caracalla. Cables: FOODAGRI, Rome. Tél. 5797



WORLD HEALTH ORGANIZATION
ORGANISATION MONDIALE DE LA SANTÉ

1211 Genève 27, Avenue Appia. Câbles: UNISANTE, Genève. Tél. 34 60 61

TRADUCTION SOUS CONTRAT

ALINORM 68/23
SP 10/101 -- 3^{ème} session
Original : Anglais
Novembre 1967

COMMISSION MIXTE FAO/OMS DU CODEX ALIMENTARIUS
Cinquième session, Rome, 20 février - 1er mars 1968

RAPPORT DE LA TROISIEME SESSION

DU

COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

Berlin (Rép. féd.
d'Allemagne
24-27 octobre 1967

TABLE DES MATIERES

	<u>Paragraphe</u>
<u>Introduction</u>	1
<u>Observations sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage</u>	2
<u>Méthodes d'analyse pour le miel</u>	3
Amendements	4
Amidon étalon	5
Méthodes de classification en fonction de la couleur	6
Omission des étapes 6, 7 et 8	7
<u>Méthodes d'analyse pour les sucres</u>	8
Méthodes proposées	9 Annexe III
<u>Méthodes d'analyse pour les graisses et les huiles</u>	10
Méthodes proposées	11 Annexe IV
<u>Méthodes d'analyse et d'échantillonnage pour les fruits et légumes traités</u>	12
Méthodes proposées	13 Annexe V
Plans d'échantillonnage proposés pour évaluer la qualité des fruits et légumes traités	14 Annexe VI
<u>Méthodes d'analyse pour les produits cacotés et le chocolat</u>	16, 17
<u>Méthodes d'analyse pour les jus de fruits</u>	18, 19
<u>Méthodes d'analyse pour les agents de conservation</u>	20
Acide formique	21
Acide parahydroxybenzoïque	21
Anydride sulfureux	22
Liste de méthodes	23 Annexe VII
<u>Méthodes d'analyse pour les agents antioxygène</u>	24
Liste de méthodes	25
<u>Technique de prélèvement des échantillons</u>	26, 27, 28 Annexe IX
<u>Triméthylamine</u>	29
<u>Préparations enzymatiques</u>	30, 31
<u>Plan normalisé</u>	32, 33
<u>Table des matières envisagée</u>	34

<u>Répertoires internationaux de méthodes d'analyse et organisations compétentes</u>	35
<u>Activités futures</u>	36
<u>Autres questions</u>	
Méthodes de mise en évidence et de dosage des colorants dans les aliments	37
Méthodes de référence	38
Principes généraux concernant les méthodes d'analyse du Codex	39
<u>Date et lieu de la prochaine session</u>	40

RAPPORT DE LA TROISIEME SESSION
DU
COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE
Berlin, 24-27 octobre 1967

INTRODUCTION

1. Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a tenu sa troisième session à Berlin, du 24 au 27 octobre 1967, sous la présidence du Professeur R. Franck. A cette réunion ont participé 53 délégués et observateurs, représentant 22 pays et 9 organisations internationales. L'ordre du jour provisoire révisé a été adopté et les participants sont convenus qu'aucun rapporteur ne serait élu et que le Secrétariat préparerait le rapport. La liste des participants est reproduite à l'Annexe I et celle des documents soumis au Comité figure à l'Annexe II du présent rapport.

OBSERVATIONS SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

2. Le Comité est convenu que les observations formulées par les gouvernements au sujet des méthodes d'analyse proposées devraient toujours lui être envoyées directement; cette procédure semble appropriée et facilitera le travail du Comité. a/

METHODES D'ANALYSE POUR LE MIEL

3. Le Comité était saisi du document intitulé "Miel - méthodes d'analyse" (ALINORM 66/23, Annexe 4) qui avait été transmis aux gouvernements, ainsi que des commentaires y afférents. Après examen détaillé de ces méthodes, le Comité les approuve avec de légères modifications; on dispose ainsi, pour la norme applicable au miel, de méthodes appropriées et conformes aux connaissances actuelles. Bien entendu, ces méthodes pourront faire l'objet d'améliorations ultérieures et le Comité poursuivra ses travaux dans ce domaine. A ce propos, les questions suivantes ont été étudiées :

- a) On a signalé au Comité l'existence de méthodes d'analyse enzymatique et chromatographique permettant de distinguer les différents sucres se trouvant dans le miel. Il importe à cet égard de savoir quels sucres revêtent un intérêt particulier dans la description du miel. La délégation de la France a accepté de préparer pour la prochaine session du Comité, un exposé sur la détermination par chromatographie en phase gazeuse des sucres du miel. Le représentant d'APIMONDIA s'est également engagé à rédiger un document sur l'analyse enzymatique des sucres du miel.
- b) Du fait que différents types de miel sont mentionnés dans les normes, le Comité estime souhaitable d'utiliser une méthode telle que celle de l'analyse du pollen pour l'identification des miels et demande au représentant d'APIMONDIA de préparer un document en la matière pour sa prochaine session. On a souligné que cette méthode présentait des limitations, en particulier dans le cas des miels d'origine florale multiple.
- c) La délégation des Etats-Unis a fait remarquer qu'aucune observation n'avait été officiellement formulée sur les méthodes d'analyse pour le miel dans le cadre de l'étape 3 de la Procédure, car il n'avait pas été précisé si ces méthodes devaient être soumises pour avis à l'échelon régional ou à l'échelon mondial.

a/ Les observations devraient être envoyées au Secrétariat du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage avec copie adressée au Chef du Programme FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Rome, avant la fin de juin 1968.

4. Le Comité décide d'introduire les amendements ci-après dans le document "Miel - Méthodes d'analyse", Annexe 4, ALINORM 66/23 :

c) Teneur en eau

Le Secrétariat est invité à développer l'Annexe A (Table de Wedmore 1955) afin de tenir compte de la nouvelle disposition prévoyant une teneur en eau de 23 pour cent.

d) Teneur en matières insolubles dans l'eau

Le degré de finesse du creuset en verre fritté devrait être de 15 à 40 microns.

e) Teneur en cendres

Mode opératoire

Il convient de modifier la deuxième phrase en ajoutant à la fin les mots suivants : "et par débordement".

f) Acidité

Le représentant d'APIMONDIA est invité à communiquer au Secrétariat de la Commission du Codex Alimentarius, à la fin de novembre 1967, la méthode de calcul pertinente à insérer dans la norme.

h) Teneur en hydroxyméthylfurfuraldéhyde

Réactifs

1. Solution d'acide barbiturique :

Supprimer la première phrase et, dans la deuxième, remplacer "cette quantité" par "500 mg d'acide barbiturique".

2. Solution de p-toluidine :

A la fin de l'avant-dernière phrase, ajouter les mots : "pendant 24 heures".

Modifier comme suit la dernière phrase :

"Lire l'extinction de l'échantillon par comparaison avec l'essai à blanc à 550 nm en utilisant une cuvette de 1 cm, aussitôt que la valeur maximum est atteinte".

Mode opératoire

Modifier comme suit la première phrase : "Prélever un échantillon de miel de 10 g et le dissoudre sans chauffer dans 20 ml d'eau distillée débarrassée de son oxygène par ébullition et barbotage d'azote".

A ce propos, on a mentionné l'existence d'une autre méthode de détermination spectrophotométrique dans l'ultra-violet. Le Comité demande à la délégation des Pays-Bas d'en fournir la description et de faire rapport à sa prochaine session sur les avantages de cette méthode.

5. En ce qui concerne l'utilisation d'un amidon étalon pour la détermination de l'indice diastasique, le Comité recommande que la FAO examine la possibilité de créer une réserve de produits chimiques de référence, par exemple amidon étalon et colorants alimentaires agréés, à utiliser dans les tests comparatifs.

6. On a fait remarquer que des méthodes de classification du miel en fonction de la couleur avaient été mises au point. Toutefois, le Comité estime que la normalisation d'une telle méthode d'analyse ne devrait pas être entreprise pour l'instant, car la norme pour le miel ne prévoit aucune spécification pour la classification en fonction de la couleur.

7. Le Comité confirme que les méthodes d'analyse pour le miel ainsi amendées seront soumises à la Commission à l'étape 5 de la Procédure d'élaboration des normes Codex. De l'avis du Comité, les méthodes d'analyse en question peuvent maintenant être considérées comme ne prêtant pas à controverse dans le cadre de la norme régionale européenne; aussi recommande-t-il à la Commission d'envisager l'omission des étapes 6, 7 et 8 et de transmettre les méthodes amendées aux gouvernements pour acceptation définitive. Il prie le Secrétariat de la Commission de préparer à l'intention de celle-ci un document de travail reproduisant ces méthodes en conformité du plan de présentation adopté pour les méthodes normalisées d'analyse des produits alimentaires.

METHODES D'ANALYSE POUR LES SUCRES

8. Le Comité était saisi du rapport de la quatrième session du Comité du Codex sur les sucres contenant les méthodes d'analyse proposées (Annexe X du document ALINORM 68/21). Au cours des débats, les points suivants ont été soulevés :

a) Le Comité a appris qu'il n'existait aucune méthode d'analyse agréée pour la détermination de la turbidité des solutions de sucre et de matières étrangères insolubles dans les sucres. Or, le Comité du Codex sur les sucres considère que ces deux critères sont importants.

b) Pour tenir compte du sirop de glucose et du sirop de glucose déshydraté présentant la teneur maximum autorisée en anhydride sulfureux, le Comité est convenu d'ajouter sous "Méthodes" et "Précision" (p. 22, ALINORM 68/21, Annexe X) les termes suivants :

jusqu'à 600 mg/kg, solution examinée 0,5 g/100 ml \pm 20 mg/kg

c) Au sujet d'une proposition tendant à l'emploi de la méthode Monier-Williams pour doser l'anhydride sulfureux dans les sucres, le représentant de l'ICUMSA a signalé au Comité que cette méthode ne donne pas de résultat satisfaisant dans le cas des sucres de haute qualité.

Selon un certain nombre de délégations, il conviendrait de remplacer la méthode de Carruthers par la méthode de Monier-Williams modifiée par Tanner pour déterminer l'anhydride sulfureux dans les produits de conversion de l'amidon.

d) Le représentant de l'ICUMSA a précisé que, dans les propositions faites par le Comité du Codex sur les sucres, le terme "précision" reflétait la différence maximum entre les résultats obtenus dans différents laboratoires avec le même échantillon (voir aussi par. 32).

e) On a signalé au Comité que le Comité du Codex sur les additifs alimentaires avait demandé qu'une priorité élevée soit accordée à l'analyse de l'anhydride sulfureux dans les produits alimentaires en général (voir aussi par. 22).

9. Le Comité approuve les propositions figurant à l'Annexe III du présent rapport et décide d'inviter les gouvernements à formuler des commentaires à l'étape 3 de la Procédure (voir note au bas de la page 1).

METHODES D'ANALYSE POUR LES GRAISSES ET LES HUILES

10) Le Comité était saisi d'un document de travail (Codex/Graisses et huiles/40) rédigé par le Secrétariat du Comité du Codex sur les graisses et les huiles, contenant des références, des exposés sur le principe des méthodes et sur l'expression des résultats et des remarques relatives aux méthodes d'analyse proposées par ce comité pour les huiles comestibles, le saindoux et la graisse de porc fondue, le premier jus et le suif comestible, la margarine et l'huile d'olive. Au cours des débats, les points suivants ont été soulevés :

- a) Le représentant du Conseil oléicole international (COI) a déclaré que les méthodes citées dans le document précité avaient été soigneusement étudiées, commentées et adoptées par les pays membres du COI où elles étaient maintenant entrées dans la pratique commerciale. Le Comité prend note de la demande formulée par le représentant du COI et le délégué de l'Espagne, tendant à ce que la Commission du Codex Alimentarius examine séparément ces méthodes, car elles sont parvenues à un stade d'élaboration avancé.
 - b) La délégation des Etats-Unis d'Amérique a attiré l'attention du Comité sur le fait que, dans son pays, les méthodes d'analyse pour la margarine s'inspirent des méthodes utilisées pour le beurre, dont certaines sont actuellement examinées et mises définitivement au point par le Comité mixte FAO/OMS d'experts gouvernementaux sur le Code de principes concernant le lait et les produits laitiers. Le Secrétariat a confirmé ce point de vue et s'est engagé à mettre à jour les références pertinentes.
 - c) Le Comité est convenu que des méthodes scientifiques seront appliquées chaque fois que les normes prévoient un examen organoleptique. Il recommande que de telles méthodes soient stipulées dès qu'elles seront disponibles. Le Comité note également que l'ISO a créé un groupe de travail s'occupant de ce sujet.
11. Le Comité approuve les propositions qui figurent à l'Annexe IV du présent rapport et seront soumises aux gouvernements pour observations à l'étape 3 de la Procédure (voir note au bas de la page 1).

METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE POUR LES FRUITS ET LEGUMES TRAITES

12. Le Comité était saisi du rapport de la quatrième session du Comité du Codex sur les fruits et légumes traités (ALINORM 68/20) contenant des propositions pour la détermination du poids égoutté, pour la mesure de la densité du sirop et pour l'évaluation des fils durs, etc. Au cours des débats, les points suivants ont été examinés :

- a) Au sujet de la détermination du poids égoutté, le Comité note que les spécifications pertinentes dans les normes sont fondées sur cette méthode et qu'elles ne doivent, par conséquent, pas être séparées.
- b) On a fait remarquer qu'aucun détail n'a été fourni au sujet de l'évaluation des fils durs. La délégation des Etats-Unis a été invitée à donner ces renseignements pour la prochaine session du Comité.
- c) Le Comité note que le tamis servant à la détermination du poids égoutté a des dimensions exprimées en pouces et qu'un tel tamis risque de ne pas se trouver facilement dans les pays qui appliquent le système métrique. On a fait valoir que, conformément à une décision prise par la Commission à sa dernière session, les mesures devraient toujours être exprimées en unités du système métrique.

13. Le Comité approuve les méthodes en question (voir Annexe V du présent rapport), compte tenu des observations précitées, et invite les gouvernements à présenter des commentaires à l'étape 3 de la Procédure, eu égard en particulier au point a) ci-dessus (voir note au bas de la page 1).

14. On a examiné le document SP 10/70-SP "Plans d'échantillonnage proposés pour les fruits et légumes traités, y compris les aliments congelés"; le Comité est convenu de modifier son titre comme suit : "Plans d'échantillonnage proposés pour l'évaluation de la qualité des fruits et légumes traités", afin de bien préciser que les plans sont limités à l'appréciation qualitative.

15. Le Comité approuve les plans d'échantillonnage ainsi amendés (voir Annexe VI du présent rapport) en accord avec les observations des gouvernements et décide de les soumettre à la Commission du Codex Alimentarius à l'étape 5 de la Procédure.

METHODES D'ANALYSE POUR LES PRODUITS CACAOTES ET LE CHOCOLAT

16. Le Comité a examiné l'"Etude synoptique des méthodes internationales d'analyse pour le cacao et les produits cacaotés" (Codex ANALYS/67-3) qui avait été transmise pour avis aux gouvernements, ainsi que les références aux méthodes d'analyse du beurre de cacao contenues dans le rapport de la cinquième session du Comité du Codex sur les produits cacaotés et le chocolat (ALINORM 68/10, Annexe II, p. 4 et 5).

17. Le Comité est convenu de renvoyer au Comité du Codex sur les produits cacaotés et le chocolat les méthodes mentionnées ci-dessus, ainsi que les commentaires formulés par les gouvernements. Le représentant de l'OICC a déclaré que son organisation préparait, pour la prochaine session du Comité du Codex sur les produits cacaotés et le chocolat, un document de travail basé sur l'étude synoptique et sur l'ensemble des commentaires des gouvernements et recommanderait des méthodes d'analyse à l'aide d'experts en la matière, afin que le Comité du Codex puisse formuler des propositions définitives.

METHODES D'ANALYSE POUR LES JUS DE FRUITS

18. Le Comité était saisi d'une "Etude synoptique des méthodes d'analyse des jus de fruits", (Codex ANALYS/67-2), ainsi que des observations transmises par des gouvernements, des délégations et des organisations internationales; il note que :

- a) aucune méthode d'analyse pour l'arsenic n'est mentionnée dans l'étude synoptique ;
- b) le Groupe mixte CEE/Codex Alimentarius d'experts des jus de fruits doit examiner des méthodes de détermination de la concentration des jus de fruits.

19. Le Comité est convenu que les propositions figurant dans l'étude synoptique et qu'une étude comparée des commentaires des gouvernements présentés à la présente réunion, ainsi que toutes autres observations gouvernementales parvenues avant le 31 décembre 1967, lui seront soumises à sa prochaine session pour nouvel examen. L'étude comparée de toutes les observations des gouvernements sera également soumise à la prochaine session du Groupe mixte CEE/Codex Alimentarius d'experts des jus de fruits.

METHODES D'ANALYSE POUR LES AGENTS DE CONSERVATION

20. Le Comité était saisi d'un document de travail sur les méthodes d'analyse pour les agents de conservation dans différents produits alimentaires, préparé par la délégation des Pays-Bas (Codex ANALYS/67-10) et contenant des références pour la détermination de l'anhydride sulfureux, de l'acide sorbique, des nitrates, des nitrites et de l'acide benzoïque.

21. Selon certaines délégations, il importerait également d'élaborer des méthodes d'analyse pour l'acide formique et l'acide parahydroxybenzoïque et ses esters. La délégation du Royaume-Uni a signalé que l'emploi du réactif alpha-naphthylamine pour doser les nitrites dans la viande et les produits carnés risquait d'être dangereuse pour la santé.

22. En réponse à une demande du Comité du Codex sur les additifs alimentaires (ALINORM 68/12, par. 73), le Comité, se fondant sur le paragraphe I. 2 a du document de travail Codex ANALYS/67-10, estime que la méthode de Tanner devrait être recommandée pour la détermination de l'anhydride sulfureux dans les différents produits alimentaires.

23. Les comités du Codex s'occupant de produits ont été priés de faire connaître leur avis sur l'applicabilité des méthodes mentionnées dans le document précité (voir Annexe VII du présent rapport) aux normes qu'ils élaborent. Le Comité est également convenu d'inviter les gouvernements et les organisations internationales intéressées à formuler des observations (voir note au bas de la page 1). Le Secrétariat a précisé que le Comité d'experts gouvernementaux sur le lait et les produits laitiers examinera la méthode de détermination des nitrites dans le lait et les produits laitiers, ainsi que les commentaires y afférents des gouvernements.

METHODES D'ANALYSE POUR LES AGENTS ANTIOXYGENE

24. Le Comité était saisi d'un document de travail sur les méthodes d'analyse des agents antioxygène dans différents produits alimentaires, préparé par la délégation des Pays-Bas (Codex ANALYS/67/8) et contenant des références relatives à la détermination des gallates, du BHA et du BHT.

25. Les comités du Codex s'occupant de produits ont été priés de faire connaître leur avis sur l'applicabilité des méthodes mentionnées dans le document précité (voir Annexe VIII du présent rapport) aux normes qu'ils élaborent. Le Comité est également convenu d'inviter les gouvernements et les organisations internationales à formuler des observations (voir note au bas de la page 1). Le Secrétariat a précisé que le Comité d'experts gouvernementaux sur le lait et les produits laitiers examinera la méthode de détermination des gallates dans le lait en poudre, ainsi que les commentaires y afférents des gouvernements.

TECHNIQUE DE PRELEVEMENT DES ECHANTILLONS

26. Le Comité était saisi d'un document de travail sur un projet de norme provisoire concernant la technique de prélèvement d'échantillons de produits alimentaires, préparé par la délégation de la République fédérale d'Allemagne (SP 10/101 - Codex ANALYS 67/5), basé sur la méthode décrite dans le Code de principes concernant le lait et les produits laitiers. Etant donné que cette méthode a été réédictée, le Comité estime que le présent document devrait également être révisé en conséquence.

27. La délégation de la Pologne a suggéré que des températures soient recommandées pour l'emmagasinage des échantillons de denrées surgelées, prélevés aux fins d'examen. La délégation des Etats-Unis a proposé d'inclure dans le document une technique pour le prélèvement d'échantillons des denrées surgelées. La délégation de l'Australie a recommandé qu'au paragraphe 1/3 traitant du procès verbal d'échantillonnage, on insère une disposition concernant l'"état des pulvérisations" subies par l'échantillon, aux fins de l'analyse des résidus de pesticides.

28. Le Comité était également saisi d'une note préparée par la délégation du Canada au sujet de l'échantillonnage. Etant donné que ce document est arrivé trop tard pour être distribué, on est convenu de le soumettre de nouveau au Comité à sa prochaine session. On a également décidé de présenter au Comité du Codex et aux gouvernements pour observations à l'étape 3 de la Procédure, le texte réédicté (voir Annexe IX du présent rapport) du rapport préparé par la délégation allemande. (voir note au bas de la page 1).

TRIMETHYLAMINE

29. Vu l'absence de tout document de travail sur ce sujet, la question n'a été que brièvement discutée. Des doutes ayant été émis quant à l'utilité de la triméthylamine comme indicateur pour évaluer la qualité du poisson à l'échelon international, le Comité décide d'attendre que le Comité du Codex sur le poisson et les produits de la pêche lui transmette de plus amples renseignements. La délégation des Etats-Unis a attiré l'attention sur les méthodes AOAC relatives aux acides volatils et celle de la République fédérale d'Allemagne a signalé une méthode d'analyse à la fois pour la triméthylamine et pour l'oxyde de triméthylamine ; le Comité demande que ces méthodes soient communiquées à la délégation du Canada pour information.

PREPARATIONS ENZYMATIQUES

30. La délégation de la République fédérale d'Allemagne a présenté un rapport verbal sur l'état d'avancement de la compilation des méthodes d'analyse pour les préparations enzymatiques commerciales. Avec la collaboration des Etats-Unis, des renseignements utiles ont été réunis, qui cependant ne sont pas encore suffisants pour que l'on puisse proposer des méthodes de façon définitive. On a fait remarquer que le Comité du Codex sur les additifs alimentaires n'avait jusqu'ici mis au point qu'un avant-projet de norme générale pour les préparations d'enzymes commerciales sans tenir compte d'enzymes exigeant des méthodes d'analyse. Il n'est donc pas urgent d'élaborer des méthodes pour enzymes déterminées.

La délégation de la République fédérale d'Allemagne et celle des Etats-Unis ont été priées de poursuivre leurs travaux sur ce sujet et de formuler des propositions définitives si le Comité du Codex sur les additifs alimentaires le demandait.

31. On a informé le Comité que le Comité mixte FAO/OMS d'experts des additifs alimentaires traiterait des enzymes à l'une de ses prochaines réunions. On a également mentionné que le Groupe mixte CEE/Codex Alimentarius d'experts des jus de fruits avait inclu les enzymes de filtration dans ses normes, ce qui pourrait exiger une méthode d'analyse pour ces enzymes. La délégation de la République fédérale d'Allemagne a fait observer qu'aucune méthode ne pouvait être proposée à présent.

PLAN NORMALISE

32. Le Comité était saisi du plan normalisé de norme d'analyse pour les denrées alimentaires (Annexe 3 du document ALINORM 66/23) et des observations y afférentes de plusieurs gouvernements. Au cours des débats, le Comité a fait remarquer qu'il serait bon de définir avec précision les termes utilisés se rapportant à la sensibilité, à la reproductibilité, à la répétabilité, etc. de méthodes d'analyse et de rédiger des notes explicatives pour le plan normalisé. D'autre part, on a estimé utile de prévoir l'insertion de notes bibliographiques donnant des détails sur les méthodes.

33. Le Comité décide de maintenir le plan normalisé à l'étape 4 et invite la délégation du Royaume-Uni à rédiger les notes explicatives en tenant compte de la recommandation de l'ISO No R 78 ainsi que d'autres documents de l'ISO sur ce sujet et des observations formulées par les gouvernements ; ces notes seraient examinées à la prochaine session du Comité. Les commentaires transmis à la délégation du Royaume-Uni avant le 31 décembre 1967 seront aussi pris en considération.

TABLE DES MATIERES ENVISAGEE (Pour les méthodes d'analyse du Codex)

34. La délégation de la Pologne a signalé au Comité que seule la délégation du Royaume-Uni avait envoyé des commentaires sur le document Codex/ANALYS/66-5, présenté à la dernière session. Le Comité décide de prier les gouvernements de lui communiquer leurs observations y compris sur les méthodes organoleptiques, et demande à la délégation

de la Pologne de préparer une note explicative destinée à accompagner la table des matières envisagée. a/

REPERTOIRES INTERNATIONAUX DE METHODES D'ANALYSE ET ORGANISATIONS COMPETENTES

35. Le Comité était saisi du document SP 10/101 - Bibliographie Codex/ANALYS/66-4 Corr. "Répertoires internationaux de méthodes d'analyse, de méthodes d'analyse codifiées légalement et d'organisations compétentes". On a fait remarquer que les amendements ultérieurs devraient être envoyés au Secrétariat du Comité et que, de temps à autre, des feuillets additionnels seraient distribués aux gouvernements pour information. Le Comité suggère que l'on publie en temps venu une bibliographie révisée et que le Secrétariat de la Commission étudie la possibilité de confier à la FAO la publication d'un tel document.

ACTIVITES FUTURES

36. Le Comité est convenu qu'en raison du volume des travaux déjà en cours et des questions que lui soumettront certainement les comités du Codex s'occupant de produits, aucune activité supplémentaire ne devrait être entreprise pour le moment sur les méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage.

AUTRES QUESTIONS

37. Méthodes de mise en évidence et de dosage des colorants dans les produits alimentaires

La délégation du Royaume-Uni a déclaré qu'il ne lui avait pas encore été possible de préparer un document sur les méthodes d'analyse des colorants mais qu'un tel rapport serait présenté à la prochaine session du Comité. A ce sujet, on a signalé que les pays du Bénélux élaboraient des méthodes pour la mise en évidence des colorants dans les produits alimentaires. La délégation des Pays-Bas a accepté de mettre cette documentation à la disposition du Royaume-Uni. Au cours de la réunion, la délégation de la France a transmis à la délégation du Royaume-Uni un document sur l'isolement et l'identification de colorants alimentaires dans les denrées. On a reconnu que l'analyse des colorants alimentaires proprement dits relevait du Comité mixte FAO/OMS d'experts des additifs alimentaires. Le Comité estime que, dans le cas des colorants alimentaires non agréés, des méthodes d'analyse qualitative suffiront pour l'instant. Pour ce qui est des priorités concernant l'élaboration de méthodes d'analyse des colorants, la délégation de la Pologne a suggéré que l'on prenne en considération les colorants admis dans des produits alimentaires à une étape avancée de la Procédure par le Comité du Codex sur les additifs alimentaires, ainsi que la liste provisoire de colorants alimentaires, qui a été transmise aux gouvernements pour observations à l'étape 3.

38. Méthodes de référence

Le Comité a été informé d'une proposition du Comité exécutif concernant la question des méthodes de référence et des méthodes de remplacement. Il souscrit pleinement à cette proposition et estime que les méthodes d'analyse contenues dans le Codex Alimentarius devraient être des méthodes de référence. S'il est prouvé que deux ou plusieurs méthodes sont équivalentes, on pourra les considérer comme des méthodes de remplacement.

a/ Note du Secrétariat : Les documents en question et les notes explicatives seront transmis en temps utile. Les observations devraient être envoyées au Professeur St.Krauze (voir liste des participants, Annexe I).

39. Principes généraux concernant les méthodes d'analyse du Codex

- a) Sur proposition de la délégation des Etats-Unis, le Comité demande au Secrétariat de la Commission de préparer un document de travail pour la prochaine session du Comité, réunissant l'ensemble des dispositions, règles, principes généraux, etc. relatifs aux travaux du Comité et tenant compte de la décision prise par la Commission quant à l'établissement des méthodes d'analyse du Codex. A ce sujet, le document présenté par la délégation des Etats-Unis devrait être aussi pris en considération.
- b) De l'avis du Comité, il serait utile de soumettre également ces principes généraux aux comités s'occupant de produits, car le document en question se référera entre autres au plan normalisé pour les méthodes d'analyse.
- c) On a fait valoir au Comité que les méthodes d'analyse devraient être rédigées conformément au plan normalisé avant d'être examinées par la Commission du Codex Alimentarius (étape 5) de manière que les gouvernements aient la possibilité de les étudier en détail avant la session de la Commission.
- d) Durant leur élaboration, les projets de méthodes d'analyse du Codex devraient aussi être transmis aux autres organisations travaillant dans le même domaine.

(Le Secrétariat a rédigé les alinéas b), c) et d) ci-dessus, après l'adoption du rapport, à la demande du Comité).

DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION

40. Le Président a suggéré que le Comité tienne sa prochaine session à Berlin, du 4 au 8 novembre 1968.

LISTE DES PARTICIPANTS

Président : Professeur R. Franck
Bundesgesundheitsamt
1 Berlin 33, Postfach

AUSTRALIE M. L. Martin
Principal chemist
Commonwealth Laboratory
Department of Customs and Excise
Customs House II
William Street
Melbourne 3000, Victoria

AUTRICHE Dr H. Woidich
Lebensmittelversuchsanstalt
A 1190 Vienne
Blaasstrasse 29

BELGIQUE M. J. Gosselé, Ing. Chim.
Inspecteur de Laboratoire
Institut d'Hygiène
16, rue Jul Wytzman
Bruxelles 5

TCHÉCOSLOVAQUIE Professeur G. Janicek
Vice-Président du Centre de
Recherche agricole et alimentaire
Université technique de chimie
Faculté de technologie alimentaire
Usovétskéskolg 5
Prague 4

DANEMARK, FINLANDE, NORVEGE et SUEDE Dr J. Bielefeldt
Commission scandinave d'analyse
des produits alimentaires
Mylius Erichsensallé 37
2900 Hellerup (Danemark)

Dr H. Guthenberg
Chef de la section de l'analyse
chimique des aliments
Département d'hygiène alimentaire
Institut national de santé publique
Stockholm 60 (Suède)

REPUBLIQUE FEDERALE D'ALLEMAGNE

M. H.P. Mollenhauer
Regierungsdirektor im Bundesministerium
für Gesundheitswesen
532 Bad Godesberg
Deutschherrenstr. 87

Dr Antonacopoulos
Institut für Biochemie und Technologie
der Bundesforschungsanstalt
für Fischerei Hamburg
2083 Halstenbek
Erlenweg 30

Dr M. Depner
Regierungschemiedirektor des Staatlichen
Chemischen
Untersuchungsamtes
Wiesbaden
62 Wiesbaden
Hasengartenstr. 24

M. U. Haevecker
Milchwiss. Institut der Technischen
Hochschule
München Weißenstephan
8058 Erding-Klettham
Eichendorffstr. 6

Dr Ch. Junge
Wiss. Oberärztin im Bundesgesundheitsamt
1 Berlin 33, Postfach

Dr H. Lange
Bundesverband der Deutschen
Süßwarenindustrie
6235 Okriftel-Main
Hattersheimer Str.100

Dr R. Neussel
Regierungsdirektorin im
Bundesministerium für Gesundheitswesen
532 Bad Godesberg
Deutschherrenstr. 87

Professeur A. Seher
Bundesanstalt für Fettforschung
44 Münster (Wetsphalie)
Piusallee 76

Dr P. Vogel
Bund für Lebensmittelrecht und
Lebensmittelkunde
419 Kleve
Flandrische Str. 16

Dr G. Vorwohl
Landesanstalt für Bienenkunde
7 Stuttgart-Hohenheim
Wolfstr. 60

FRANCE

M. B. Saulnier
Vice-Président de la Commission générale
d'unification des méthodes d'analyse du
Ministère de l'Agriculture
42 bis, rue de Bourgogne
Paris, 7ème

GHANA

M. K.K. Eyeson
Research Officer
(Food Chemistry and Analysis)
Food Research Institute
P.O.Box M 20
Accra

IRLANDE

Dr P.P. Donovan
Public Analyst
Regional Department of Health
Galway

Dr D. Dickinson
Head, Department of Biotechnology
Institute for Industrial Research
and Standards
Ballymon Road
Dublin 9

JAPON

M. S. Sunaga
Japan Trade Centre
535 Oxford Street
Londres W.1. (Royaume Uni)

M. M. Matsuoka
Assistant Chief of Consumption
Economy Section
Ministry of Agriculture and Forestry
of Japan
2-1 Kasumigaseki (Norisho)
Tokyo

M. D. Niimura
Executive Director
The Japan Canned Food
Inspection Association
Kindai nld. 11-3
Kyobashi Chuoku
Tokyo

MADAGASCAR

Dr Ch. Randriamanana
Nutritionniste
Médecin-chef du Service de la nutrition
alimentation
Ministère de la Santé publique
Vg 7 4 - Amparibé
Tananarive

PAYS-BAS

Dr P.L. Schuller
Chef du laboratoire d'analyse chimique des
aliments
Institut de santé publique
Sterrenbos 1
Utrecht

PAYS-BAS (suite)

Dr P.W.M. Van der Weijden
Unilever
's Jacobplein 1
Rotterdam

POLOGNE

Professeur St. Krauze
Chaire de Chimie alimentaire
Ministère de la santé
Ul. Przemyslowa 25
Varsovie

Dr Kazmierczak
Chef de laboratoire
Ministère du Commerce extérieur
Bureau d'Inspection de la qualité
Poznarn al.
Reymonta 11/13

M. Zaboklicki
Chef de section au laboratoire de
contrôle des aliments
Ministère du Commerce extérieur
Bureau d'Inspection de la qualité
Varsovie, Stepinska 6

ESPAGNE

M. J. Carballo
Representante del Código alimentario
español
Francisco Silvela 69
Madrid 6

SUISSE

Professeur O. Högl
Président, Schweiz Codex-Komitees
Codex Alimentarius
Taubenstr. 18
Berne

Dr J.C. de Man
Chef, Laboratoire de contrôle
Afico S.A.
1814 La Tour de Peilz

Dr H. Rentschler
Adjoint à la Station fédérale d'essais
de Wädenswil
8820 Wädenswil

THAÏLANDE

Professeur Y. Bunnag
Directeur général
Département des sciences
Ministère de l'Industrie
Rama VI Road
Bangkok

ROYAUME-UNI

M. H.M. Goodall
Senior Executive Officer
Food Standards Branch
Ministry of Agriculture
Fisheries and Food
Great Westminster House
Horseferry Road
Londres S.W.1.

ROYAUME-UNI (suite)

M. T.J. Coomes
Principal Scientific Officer
Ministry of Agriculture
Fisheries and Food
Great Westminster House
Horseferry Road
Londres S.W.1.

Dr H. Egan
Superintendant
Food, Drugs and Agriculture Division
Laboratory of the Government Chemist
Cornwall House
Stamford Street
Londres S.E.1.

Dr P.C. Young
Divisional Chief
Technical Officer
British Standards Institution
2 Park Street,
Londres W.1.

ETATS-UNIS D'AMERIQUE

Dr W. Horwitz
Acting Deputy Director S-2
Bureau of Science Food and Drug
Administration
Washington D.C. 20204

M. Jan J. Mertens
Director, Overseas Department
National Canners Association
(Washington)
52 Vooruitgangstraat
Bruxelles 1 (Belgique)

YUGOSLAVIE

Professeur B. Vajić
Miramarska 13 c
Zagreb
(Délégué du Conseil fédéral de
la santé, Belgrade)

Organisations internationales

APIMONDIA

Dr H. Duisberg
Leiter des Instituts für Honigforschung
28 Brême
Stresemannstr.35
(République fédérale d'Allemagne)

Dr Pourtallier
Chef de Service chimique
Laboratoire de recherches vétérinaires
63 avenue des Arènes
06 Nice (France)

COI

Dr E.M. Rascovich
Chef du Service Technique
Conseil Oléicole International
10 Juan Bravo
Madrid (Espagne)

CEE

Dr Gaerner
Administrateur principal
Commission des Communautés européennes
Direction générale de l'Agriculture
129 rue Stévin
Bruxelles 4 (Belgique)

FAO

Dr L.G. Ladomery
Programme FAO/OMS sur les
normes alimentaires
FAO, Rome

Dr F. Winkelmann
Spécialiste des produits laitiers (normes)
Division de la production et de la
Santé animales
FAO, Rome

ICUMSA

M. D. Hibbert
British Sugar Corporation Ltd
P.O.Box 35, Wharf Road
Peterborough (Royaume-Uni)

ISO

M. A. Kiklovicz
Directeur technique
Office hongrois de normalisation
ISO/TC/34 (Secrétariat)
P.O.Box 24
Budapest 9 (Hongrie)

Dr W. Pölerl
Geschäftsführer im Deutschen
Normenausschuss
Fachnormenausschuss
Landwirtschaft
1 Berlin 30
Burggrafenstr. 7
(République fédérale d'Allemagne)

ISO (et FEL)

Dr J.G. van Ginkel
Direktor Rijkzuivelstation
Rijkzuivelstation
Vreewijkstraat 12 B
Leyde (Pays-Bas)

OICC

Dr G.F. Schubiger
Président de la Commission des experts
Office international du cacao et du
chocolat
Case postale 88
1814 La Tour de Peilz (Suisse)

OIV

Professeur P. Jaulmes
Professeur de Chimie analytique et de
Toxicologie à la faculté de Pharmacie
de Montpellier
Office International de la vigne et
du vin
11 rue Roquépine
Paris 8ème (France)

Secrétariat

Dr W. Krönert
Wissenschaftlicher Oberrat im
Bundesgesundheitsamt
1 Berlin 33, Postfach
(République fédérale d'Allemagne)

LISTE DES DOCUMENTS

1. ALINORM 66/23
(Codex/ANALYS/66-14)
Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.
Rapport de la deuxième session.
 2. ALINORM 66/4
SP 10/8 - 3ème session
Rapport de la troisième session du Comité de coordination pour l'Europe.
 3. ALINORM/MDS/66/14
 4. ALINORM 66/19
Projet de norme provisoire pour le miel.
 5. CL 1967-29
SP 10/101 - Bibliographie
Codex/ANALYS/66-4 Corr.
Distribution pour information du document intitulé "Répertoires internationaux de méthodes d'analyse, de méthodes d'analyse codifiées légalement et d'organisations compétentes".
 6. SP 10/70-SP, juillet 1966
Plans d'échantillonnage proposés pour les fruits et légumes traités, y compris les aliments congelés.
 7. Codex/ANALYS/66-5
Table des matières
 8. SP 10/101
Codex/ANALYS/67-Information
Questions à soumettre à l'attention du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.
 9. SP 10/101
Codex/ANALYS/67-Miel
Observations des gouvernements sur les méthodes d'analyse proposées pour le miel.
 10. C. 1967-27
(SP 10/75)
(SP 10/101)
Codex/ANALYS/67-2
Etude synoptique des méthodes d'analyse des jus de fruits.
- Commentaires, observations :
11. Codex/ANALYS/67-2(1)
 12. Codex/ANALYS/67-2(2)
 13. Codex/ANALYS/67-2(3)
 14. Codex/ANALYS/67-2(4)
 15. Codex/ANALYS/67-2(5)
 16. Codex/ANALYS/67-2(6)
 17. Codex/ANALYS/67-2(7)
 18. Codex/ANALYS/67-2(8)
- O I V
Royaume-Uni
Pays-Bas
France
Délégué des Etats-Unis
Délégation suisse
Yougoslavie
Nouvelle-Zélande
19. CL 1967-28
SP 10/101
Codex/ANALYS/67-3
Etude synoptique des méthodes internationales d'analyse pour le cacao et les produits chocolatés.

20. Codex/ANALYS/67-4(1) Observations des Etats-Unis sur le "Plan normalisé de norme d'analyse pour les denrées alimentaires".
21. Codex/ANALYS/67-4(2) Observations du Royaume-Uni sur la norme d'analyse pour les denrées alimentaires.
22. Codex/ANALYS/67-4(3) Observations de la Division de la chimie, Département de la recherche scientifique et industrielle, Petone, Nouvelle-Zélande.
23. SP 10/101
Codex/ANALYS/67-5 Projet de norme provisoire concernant la technique de prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires.
24. CL 1967-37
SP 10/101
Codex/ANALYS/67-6(1), 7(2), 11 Méthodes d'analyse soumises au Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.
25. Codex/ANALYS/67-6(3) Observations du Royaume-Uni (étape 3) sur les plans d'échantillonnage proposés pour les fruits et légumes traités.
26. Codex/ANALYS/67-7(3) Observations des Etats-Unis sur l' "Etude synoptique des méthodes d'analyse pour le cacao et les produits chocolatés".
27. Codex/ANALYS/67-7(4) Observations du Royaume-Uni sur les méthodes d'analyse pour les produits cacaotés et le chocolat.
28. SP 10/101
Codex/ANALYS/67-8 Agents antioxygène
29. SP 10/101
Codex/ANALYS/67-10 Agents de conservation
30. Codex/ANALYS/67-13
Codex/GRAISSES et HUILES/40 Comité du Codex sur les graisses et les huiles.
Méthodes d'analyses.
31. Codex/ANALYS/67-19 Note sur l'échantillonnage préparée par la délégation du Canada.
32. Codex/ANALYS/67-20 Suggestions des Etats-Unis concernant l'élaboration éventuelle de principes généraux à l'usage du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage et des comités du Codex s'occupant de produits.
33. Codex/ANALYS/67-21 Observations de la Nouvelle-Zélande sur les méthodes d'analyse du miel.
34. Codex/ANALYS/67-22 Observations de la Nouvelle-Zélande sur le document SP 10/70-SP

35. ALINORM 68/10

Projet de rapport de la cinquième session
du Comité du Codex sur les produits
cacaotés et le chocolat.

36. ALINORM 68/11

Comité du Codex sur les graisses et les
huiles,
Rapport de la quatrième session.

37. ALINORM 68/20

Rapport de la quatrième session du Comité
du Codex sur les fruits et légumes traités.

38. ALINORM 68/21

Comité du Codex sur les sucres.

METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE PROPOSEES POUR LES SUCRES

I. METHODES D'ANALYSE

1. SUCRE BLANC

<u>Détermination analytique</u>	<u>Méthode</u>	<u>Précision</u> ^{a/}	<u>Références</u>
Polarisation exprimée en saccharose	Méthode de l'ICUMSA pour les sucres bruts sans défécation. La défécation ne sera employée qu'en cas de nécessité ; aucune correction ne sera faite pour le plomb.	+ 0,1°S	Ic.R1958 p. 84
Sucre interverti	Teneur en sucre interverti inférieure à 0,02 % Méthode KNIGHT et ALLEN	+ 0,005%	Ic.M. p. 29
	Teneur en sucre interverti comprise entre 0,02 et 0,10 % Méthode de l'INSTITUT DE BERLIN	+ 0,005%	Ic.M. p. 25
	Teneur en sucre interverti supérieure à 0,1 % Méthode LANE et EYNON	+ 0,01%	Ic.M. p. 13
Conductivité Cendres	Méthode de l'ICUMSA avec les 2 concentrations 5 g/100 ml, et 28 g/100 ml. Avec 5 g/100 ml le coefficient de proportionnalité C sera 18×10^{-4} pour une conductivité exprimée en micromhos/cm	+ 0,001%	Ic.R1962 p. 12
Perte à la dessiccation	Méthode de l'ICUMSA Echantillon de 20 mg minimum (sans broyage)	+ 0,005%	Ic.M. p. 44
Couleur (unités ICUMSA)	Déterminée suivant la méthode 4 de l'ICUMSA sur une solution à 50 % en poids filtrée sur membrane à micropores de 0,4 à 0,6 microns. Résultats exprimés en unités ICUMSA définies dans Ic.M. p. 58	pas encore établie	Ic.M. p. 57 et 58 Ic.R. 1968 p. 52
Anhydride sulfureux	Méthode de CARRUTHERS, HEANEY et OLDFIELD. La gamme et la précision dépendent de la concentration de la solution à examiner :		
	1-7 mg/kg, solution 40 g/100 ml	+ 0,3 mg/kg	
	2-15 mg/kg, solution 20 g/100 ml	+ 0,5 mg/kg	I.S.J. 1965
	5-30 mg/kg, solution 10 g/100 ml	+ 1,0 mg/kg	p. 364
	10-60mg/kg, solution 5 g/100 ml	+ 2,0 mg/kg	

SUCRE BLANC (suite)

<u>Détermination analytique</u>	<u>Méthode</u>	<u>Précision</u> ^{a/}	<u>Références</u>
Arsenic (As)	Méthode au diéthylthiocarbamate avec "calcination par voie humide" et détermination colorimétrique au diéthylthiocarbamate d'argent		AOAC 1965 24.011
Plomb (Pb)	Méthode de l'ICUMSA avec "calcination par voie humide" valable pour une teneur inférieure à 0,5 mg/kg	± 0,1 mg/kg	Ic.M. p.48(c)
Cuivre (Cu)	Méthode de l'ICUMSA avec "calcination par voie humide" pour les teneurs limites du Codex	± 0,5 mg/kg	Ic.M.p.106

a/ Voir par. 8(d) du présent rapport.

2. CASSONADE

a) Blanc à Brun

<u>Détermination analytique</u>	<u>Méthode</u>	<u>Précision</u> ^{a/}	<u>Références</u>
Saccharose + sucre inverti exprimé en saccharose	Méthode LANE et EYNON à l'invertase, modifiée par TATE et LYLE		Ic.M. p. 71
Sucre interverti	Méthode LANE et EYNON (sans inversion)		Ic.M. p. 71
Cendres après sulfatation	Méthode gravimétrique par sulfatation double		Ic.M. p. 36
Perte à la dessiccation	Méthode de l'ICUMSA Echantillon de 10 g		Ic.M. p. 44
Anhydride sulfureux	Méthode de CARRUTHERS, HEANEY et OLDFIELD La gamme et la précision dépendent de la concentration de la solution examinée		
	1-7 mg/kg, solution 40 g/100 ml	+ 0,3 mg/kg	
	2-15 mg/kg, solution 20 g/100 ml	+ 0,5 mg/kg	
	5-30 mg/kg, solution 10 g/100 ml	+ 1,0 mg/kg	ISJ. 1965
	10-60mg/kg, solution 5 g/100 ml	+ 2,0 mg/kg	p. 364
Arsenic (As)	Méthode au diéthylthiocarbamate avec "calcination par voie humide" et détermination colorimétrique au diéthylthiocarbamate d'argent		AOAC, 1965 24.011
Plomb (Pb)	Méthode de l'ICUMSA avec "calcination par voie humide" valable pour une teneur inférieure à 0,5 mg/kg	+ 0,1 mg/kg	Ic.M.p.48(c)
Cuivre (Cu)	Méthode de l'ICUMSA avec "calcination par voie humide" pour les teneurs limites du Codex	+ 0,5 mg/kg	Ic.M.p.106
Saccharose + sucre interverti exprimé en saccharose	Méthode LANE et EYNON à l'invertase, modifiée par TATE et LYLE		Ic.M. p.71

CASSONADE (suite)

<u>Détermination analytique</u>	<u>Méthode</u>	<u>Précision</u> ^{a/}	<u>Références</u>
Conductivité Cendres	Méthode de l'ICUMSA avec les deux concentrations 5 g/100 ml et 28 g/100 ml. Avec 5 g/100 ml le coefficient de proportionnalité C sera 18×10^{-4} pour une conductivité exprimée en micromhos/cm		Ic.R.1962 p.12
Couleur (unités ICUMSA)	Déterminée suivant la méthode 4 de l'ICUMSA sur une solution à 50 % en poids filtrée sur membrane à micropores de 0,4 à 0,6 micron		Ic.M. p.57-58 Ic.R.1958 p.52

a/ Voir par. 8(d) du présent rapport.

3. LACTOSE

<u>Détermination analytique</u>	<u>Méthode</u>	<u>Précision</u> ^{a/}	<u>Références</u>
Lactose anhydre	Méthode LANE et EYNON		Ic.M. p. 13
Cendres après sulfatation	Sulfatation unique		Ic.M. p.100
Perte à la dessiccation	Méthode U.S.P. (dessiccation pendant 16 heures à 130°C) ou Méthode KARL FISHER		U.S.P. 1965 p. 336 Angew. Chem. 1935, 48,394
pH(solution 10%)	avec pH-mètre		Ic.M. p. 44
Arsenic (As)	Méthode au diéthylthiocarbamate avec "calcination par voie humide" et détermination colorimétrique au diéthylthiocarbamate d'argent		AOAC, 1965 24.011
Plomb (Pb)	Méthode de l'ICUMSA avec "calcination par voie humide", valable pour une teneur inférieure à 0,5 mg/kg	± 0,1 mg/kg	Ic.M. p.48(o)
Cuivre (Cu)	Méthode de l'ICUMSA avec "calcination par voie humide" pour les teneurs limites du Codex	± 0,5 mg/kg	IC.M. p. 106

a/ Voir par. 8(d) du présent rapport.

4. SIROP DE GLUCOSE, SIROP de GLUCOSE DESHYDRATE

<u>Détermination analytique</u>	<u>Méthode</u>	<u>Précision</u> ^{a/}	<u>Références</u>
Matières sèches	Etuve à dessiccation sous vide		C.I.R.F. Méthode E.42
Equivalent en dextrose (sucres réducteurs exprimés en D-glucoses)	Méthode LANE et EYNON		Ic.M. p. 101
Cendres après sulfatation	Sulfatation unique		Ic.M. p. 100
Anhydride sulfureux	Méthode de CARRUTHERS, HEANEY et OLDFIELD. La gamme et la précision dépendent de la concentration de la solution examinée. 1-7 mg/kg, solution 40 g/100 ml 2-15mg/kg, solution 20 g/100 ml 5-30mg/kg, solution 10 g/100 ml 10-60mg/kg, solution 5 g/100 ml -600 mg/kg, solution 0,5 g/100 ml	$\pm 0,3$ mg/kg $\pm 0,5$ mg/kg $\pm 1,0$ mg/kg $\pm 2,0$ mg/kg ± 20 mg/kg	I.S.J.1965 p.364
Arsenic (As)	Méthode au diéthylthio-carbamate avec "calcination par voie humide" et détermination colorimétrique au diéthylthio-carbamate d'argent		AOAC, 1965 24.011
Plomb (Pb)	Méthode de l'ICUMSA avec "calcination par voie humide" valable pour une teneur inférieure à 0,5 mg/kg	$\pm 0,1$ mg/kg	Ic.M. p.48(c)
Cuivre (Cu)	Méthode de l'ICUMSA avec "calcination par voie humide" pour les teneurs limites du Codex	$\pm 0,5$ mg/kg	Ic.M. p.106

^{a/} Voir par. 8(d) du présent rapport.

5. MONOHYDRATE DE DEXTROSE ET DEXTROSE ANHYDRE

<u>Détermination analytique</u>	<u>Méthode</u>	<u>Précision</u> ^{a/}	<u>Références</u>
Dextrose (exprimé en D-glucose)	Méthode LANE et EYNON		Ic.M. p. 101
Matières sèches	Dessiccation pendant 4 heures à 100° sous pression réduite.		Ic.M. p. 113
Cendres après sulfatation	Sulfatation unique		Ic.M. p. 100
Anhydride sulfureux	Méthode de CARRUTHERS, HEANEY et OLDFIELD. La gamme et la précision dépendent de la concentration de la solution		
	1-7 mg/kg, solution 40 g/100 ml	± 0,3 mg/kg	
	2-15 mg/kg, solution 20 g/100 ml	± 0,5 mg/kg	
	5-30 mg/kg, solution 10 g/100 ml	± 1,0 mg/kg	I.S.J. 1965 p. 364
	10-60mg/kg, solution 5 g/100 ml	± 2,0 mg/kg	
Arsenic (As)	Méthode au diéthylthio-carbamate avec "calcination par voie humide" et détermination colorimétrique au diéthylthio-carbamate d'argent		AOAC, 1965 24.011
Plomb (Pb)	Méthode de l'ICUMSA avec "calcination par voie humide" valable pour une teneur inférieure à 0,5 mg/kg	± 0,1 mg/kg	Ic.M.p.48(c)
Cuivre (Cu)	Méthode de l'ICUMSA avec "calcination par voie humide" pour les teneurs limites du Codex	± 0,5 mg/kg	Ic.M.p.106

^{a/} Voir par. 8(d) du présent rapport.

II. ECHANTILLONNAGE

(Sucres blancs et cassonade)

1. Echantillonnage en sacs (Ic.M. p.86)

Les échantillons doivent être prélevés de préférence dans des sacs ouverts. En cas d'impossibilité, on prélèvera l'échantillon en perçant le sac avec une sonde du type de celle décrite page 80 de Ic.M; le trou sera ensuite rebouché par un moyen approprié, par exemple, pour les sacs en papier, avec une bande adhésive. S'il s'agit des conditionnements pour la vente au détail, ne dépassant pas 5 kg, il faut prélever le paquet tout entier.

2. Nombre d'échantillons à prélever

La taille maximum du lot est de 500 tonnes. Le nombre de paquets à échantillonner sera égal à $3\sqrt{T}$, T étant le tonnage du lot. Le prélèvement portera sur 3 paquets au minimum. Dans tous les cas, l'échantillon brut prélevé sera de 2 kg au minimum; si nécessaire, plusieurs coups de sonde seront effectués.

3. Préparation de l'échantillon pour l'analyse (Ic.M. p. 83)

Quatre sous-échantillons de 500 g au minimum du sucre prélevé comme indiqué ci-dessus dans l'échantillon brut, puis mélangés sont placés dans des emballages imperméables à l'humidité et rebouchés (se référer à la méthode décrite pour les sucres bruts).

III. ABREVIATIONS UTILISEES DANS L'ANNEXE

Ic.M.	:	ICUMSA Methods of Sugar Analysis (1964)
Ic.R.	:	Rapport de l'ICUMSA (compte rendu de la session)
I.S.J.	:	International Sugar Journal
C.I.R.F.	:	Corn Industries Research Foundation
A.O.A.C.	:	Association of Official Analytical Chemists.

METHODES D'ANALYSE POUR LES GRAISSES ET LES HUILES

(soumises aux gouvernements pour observations à l'étape 3)

Méthodes d'analyse proposées pour les huiles comestibles a/

A. CRITERES DE QUALITE

Détermination analytique

Références

- | | | |
|------|-------------------------------|---|
| 1. | Indice d'acidité | UICPA (1964), II.D.1; AOCS méthode officielle Ca 5a-40; AOAC (1965) 26 060 modifiée par JAOAC (1966) 49, 231; AOCS méthode provisoire Cd 3a-63. |
| 2. | Indice de peroxyde | UICPA (1964), II.D.13; AOCS méthode officielle Cd 8-53; AOAC (1965) 26.024. |
|
 | | |
| B. | <u>CONTAMINANTS</u> | |
| 1. | Matières entraînables à 105°C | UICPA (1964) II.C.1.1. |
| 2. | Impuretés insolubles | UICPA (1964) II.C.2; AOCS méthode officielle Ca 3-46. |
| 3. | Savon | BS 684: 1958 page 49. |
| 4. | Fer | BS 684: 1958 page 92, ou bien BS 769: 1961 |
| 5. | Cuivre | BS 684: 1958 page 89; AOAC (1965) 24.023; Analyst 1963, 88, 256. |
| 6. | Plomb | Analyst, 1959, 84, 129; AOAC (1965) 24.053. |
| 7. | Arsenic | Analyst, 1960, 85, 639 (Annexe III); AOAC (1965) 24.006; AOAC (1965) 24.011. |

a/ Les intéressés sont priés de consulter le document préparé par la délégation du Royaume-Uni (Codex Graisses et huiles/40, Août 1967) où les méthodes d'analyse sont décrites et discutées. On peut obtenir d'autres exemplaires de ce document en s'adressant au Chef de la Sous-Division des normes alimentaires, FAO, Rome.

C. CRITERES DISTINCTIFS

1. Densité BS 684: 1958 page 10, méthode 1 ; AOCS méthode officielle
Cc 10a-25 et AOAC (1965) 26.003.
2. Indice de réfraction UICPA (1964) II.B.2 ; AOCS méthode officielle
Cc 7-25 ; AOAC (1965) 26.006
3. Indice de saponification UICPA (1964) II.D.2 ; AOCS méthode
provisoire Gd 3-25 ; AOAC (1965) 26.028.
4. Insaponifiable UICPA (1964) II.D.53 ; AOCS méthode
provisoire Ca 6b-53 ; AOAC (1965) 26.071 ;
AOCS méthode provisoire Ca-40.
5. Indice d'iode (Wijs) UICPA (1964) II.D.7.3 ; AOCS méthode offi-
cielle Cd 1-25 ; AOAC (1965) 26.022.
6. Indice de Crismer AOCS méthode officielle Cb. 4-35.

D. REACTIONS SPECIFIQUES

1. HUILE D'ARACHIDE: teneur en acide
arachidique et en acides gras supérieurs
 - a) Test de Renard modifié AOAC (1965) 26.077.
 - b) Test de l'huile d'arachide (Evers) BS 684: 1958, page 97.
2. HUILE DE COTON

Test d'Halphen AOAC méthode officielle Cb 1-12; AOAC (1956) 26.076.
3. HUILE DE SESAME
 - a) Test de Villavechia modifié AOCS méthode officielle Cb 2-40
 - b) Test de l'huile de sésame (Baudouin) BS 684 : 1958, page 96.

METHODES D'ANALYSE PROPOSEES POUR LE SAINDOUX ET LA GRAISSE DE PORC FONDUE

A. CRITERES DE QUALITE

1. Indice d'acidité UICPA (1964) II.D.I; AOCS méthodes Ca 5a-40
et Cd 3a-63; AOAC (1965) 26.060 modifiée par
JAOAC (1966) 49, 231.
2. Indice de peroxyde UICPA (1964) II.D.13 ; AOCS méthode officielle
Cd 8-53; AOAC (1965) 26.024.

B. CONTAMINANTS

- | | | |
|----|------------------------------|--|
| 1. | Matières entraînables à 105° | UICPA (1964) II.C.I.I.; projet de recommandation
ISO No 1224. |
| 2. | Impuretés | UICPA (1964) II.C.2; AOCS méthode officielle
Ca 3-46; projet de résolution ISO No 1223. |
| 3. | Savon | BS 684; 1958, page 49 |
| 4. | Fer | BS 684: 1958, page 92; BS 769: 1961. |
| 5. | Cuivre | BS 684: 1958, page 89. |
| 6. | Arsenic | Analyst 1960, <u>85</u> , 639 (Annexe III); AOAC
(1965)
24.006; AOAC (1965) 24.011. |
| 7. | Plomb | Analyst 1959, <u>84</u> , 129; AOAC (1965) 24.053. |

C. CRITERES DISTINCTS

- | | | |
|----|--------------------------|--|
| 1. | Densité | BS 684: 1958 page 10, méthode 1; AOCS
méthode officielle Cc 10a-25; AOAC (1965)
26.003. |
| 2. | Indice de réfraction | UICPA (1964) II.B.2; AOCS méthode officielle
Cc 7-25; AOAC (1965) 26.006-26.009. |
| 3. | Titre | UICPA (1964) II.B.3.2; AOCS méthode provi-
soire Cc 12-59; AOAC (1965) 26.013;
projet de recommandation ISO No 1226. |
| 4. | Indice de saponification | UICPA (1964) II.D.2; AOCS méthode officielle
Cd 3-25; AOAC (1965) 26.028. |
| 5. | Insaponifiable | UICPA (1964) II.D.5.3; AOCS méthode provi-
soire Ca 6b-53; AOAC (1965) 26.071 ;
AOCS méthode officielle Ca-40. |
| 6. | Indice d'iode (Wijs) | UICPA (1964) II.D.7.3 ; AOCS méthode offi-
cielle Cd 1-25; AOAC (1965) 26.022. |

METHODES D'ANALYSE PROPOSEES POUR LE PREMIER JUS ET LE SUIF COMESTIBLE**A. CRITERES DE QUALITE**

- | | | |
|----|--------------------|--|
| 1. | Indice d'acidité | UICPA (1964) II.D.1; AOCS méthodes
Ca 5a-40 et Cd 3a-63; AOAC (1965)
26.060 modifiée par JAOAC (1966) <u>49</u> , 231. |
| 2. | Indice de peroxyde | UICPA (1964) II.D.13 ; AOCS méthode offi-
cielle Cd 8-53; AOAC (1965) 26.024. |

B. CONTAMINANTS

1. **Matières entraînables à 105°C** UICPA (1964) II.C.I.I; projet de recommandation ISO No 1224.
2. **Impuretés** UICPA (1964) II.C.2; AOCS méthode officielle Ca 3-46; projet de recommandation ISO No 1223.
3. **Savon** BS 684: 1958, page 49.
4. **Fer** BS 684: 1958, page 92; BS 769: 1961.
5. **Cuivre** BS 684: 1958, page 89.
6. **Arsenic** Analyst 1960, 85, 639 (Annexe III) ; AOAC (1965) 24.006; AOAC (1965) 24.011.
7. **Plomb** Analyst 1959, 84, 129 ; AOAC (1965) 24.053.

C. CRITERES DISTINCTIFS

1. **Densité** BS 684: 1958, page 10, méthode 1; AOCS méthode officielle Cc 10a-25; AOAC (1965) 26.003.
2. **Indice de réfraction** UICPA (1964) II.B.2; AOCS méthode officielle Cc 7-25 ; AOAC (1965) 26.006-26.009.
3. **Titre** UICPA (1964) II.B.3.2; AOCS méthode officielle Cc 12-59 ; AOAC (1965) 26.013 ; projet de recommandation ISO No 1226.
4. **Indice de saponification** UICPA (1964) II.D.5.31 AOCS méthode provisoire Ca 6b-53; AOAC (1965) 26.071 ; AOCS méthode officielle Ca-40.
5. **Indice d'iode (Wijs)** UICPA (1964) II.D.7.3 ; AOCS méthode officielle Cd 1-25 ; AOAC (1965) 26.022.

METHODES D'ANALYSE PROPOSEES POUR LA MARGARINE

1. **Teneur totale en matière grasse** Section II du rapport de la dixième session du Comité mixte FAO/OMS d'experts gouvernementaux sur le Code de principes concernant le lait et les produits laitiers ; méthode néerlandaise officielle (voir page ...de la présente annexe)
 - a) **Teneur en eau** Voir ci-dessus.
 - b) **Extrait sec non gras** BS 769: 1961; voir 1 et 1 a) ci-dessus.
2. **Teneur en matière grasse laitière** Analyst 1912, 37, 183; AOCS méthode officielle Cd 5-40.
 - a) **Indice de Reichert (acides gras volatils solubles dans l'eau)** UICPA (1964) II.D.9; AOAC (1965) 26.032-26.033.

- b) Indice de Polenske
(acides gras volatils
insolubles dans l'eau) UICPA (1964) II.D.9; AOAC (1965) 26.032-
26.033.
- c) Indice de Kirschner
(acides gras volatils
solubles dans l'eau donnant
des sels argentiques hydro-
solubles) BS 684: 1958, page 70.
3. Vitamine A AOAC (1965) 39.001; J.A.O.A.C. 1959, 42, 422.
4. Vitamine D AOAC (1965) 39.116.
5. Vitamine E Analyst 1959, 84, 356.
6. Chlorure de sodium i) Méthode de référence FAO/OMS pour la déter-
mination de la teneur en sel (chlorure de
sodium) du beurre. Le texte en est soumis
pour acceptation aux Etats Membres de la
FAO et de l'OMS (voir Annexe IV-D du rapport
de la dixième session du Comité mixte FAO/OMS
d'experts gouvernementaux sur le Code de
principes concernant le lait et les produits
laitiers, Août 1967).
- ii) ou bien : BS 769: 1961, par.5, méthode 2.
7. Edulcorants hydrocarbonés
comestibles Pas de méthode spécifique disponible.
8. Protéines comestibles Pas de méthode spécifique disponible.

METHODES D'ANALYSE PROPOSEES POUR L'HUILE D'OLIVE

Détermination analytique

Méthode suggérée par le COI

1. Composition en acides gras UICPA II.D.19 [-Supplément à UICPA(1964)]
2. Densité UICPA (1954) page 37
3. Indice de réfraction UICPA (1964) II.B.2

4. Indice d'iode	<u>Méthode de Wijs</u> : UICPA (1964)II.D.7.3 ou <u>Méthode de Hanus</u> : UICPA (1964) II.D.7.4.
5. Indice de saponification	UICPA (1964) II.D.2.
6. Insaponifiable	UICPA (1964) II.D.5.2.
7. Indice de Bellier	(voir page 33 de la présente annexe)
8. Test des huiles semi-siccatives	(voir page 35 de la présente annexe)
9. Test de l'huile de grignons d'olive	(voir page 35 de la présente annexe)
10. Test de l'huile de coton	(voir page 36 de la présente annexe)
11. Test de l'huile de thé	(voir page 36 de la présente annexe)
12. Test de l'huile de sésame	(voir page 37 de la présente annexe)
13. Acidité	UICPA (1964) II.D.1.
14. Indice de peroxyde	UICPA (1964) II.D.13
15. Extinction spécifique dans l'ultra-violet	(voir page 38 de la présente annexe)
16. Humidité et matières volatiles	UICPA (1964) II.C.1.1
17. Impuretés	UICPA (1964) II.C.2
18. Savon	(voir page 39 de la présente annexe)

METHODE DIRECTE DE DETERMINATION DE LA TENEUR TOTALE

EN MATIERE GRASSE DE LA MARGARINE

(suggérée par les Pays-Bas)

Fondre à 40°C environ 50 g du produit dans un ballon à large col muni d'un bouchon étanche, puis laisser refroidir tout en secouant vigoureusement jusqu'à ce que la masse devienne homogène et visqueuse. En introduire environ 10 g dans un erlenmeyer, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique à 25 pour cent (densité 1,126) et porter à ébullition jusqu'à dissolution de toutes les substances non grasses. Laisser un peu refroidir, transférer la masse dans un percolateur au moyen d'eau chaude et laver avec de l'éther de pétrole. Epuiser dans le percolateur pendant environ 2 heures. Distiller le solvant de l'erlenmeyer, mettre ce dernier dans une étuve à dessiccation à 100°C, puis peser. Poursuivre la dessiccation dans l'étuve jusqu'à poids constant.

INDICE DE BELLIER

I. Définition de l'indice de Bellier

L'indice de Bellier d'une huile est la température à laquelle les sels des acides gras de cette huile commencent à précipiter après saponification et mise en solution de l'huile selon les indications données sous "Mode opératoire".

II. Analyse

1. Appareillage

- 1.1 Eprouvettes de 26-27mm de diamètre et de 22 cm de longueur.
- 1.2 Un condenseur constitué d'un tube de verre muni d'un bouchon.
- 1.3 Un thermomètre gradué en quarts de degrés de 8 à 25°C, fixé dans un bouchon.
- 1.4 Pipettes graduées.

2. Réactifs

- 2.1 Solution hydro-alcoolique de potasse alcoolique (42,5 g de KOH pur dissous dans 72 ml d'eau distillée ; porter à 500 ml avec de l'alcool à 95 pour cent).
- 2.2 Solution d'alcool éthylique à 70 pour cent (utiliser de l'alcool éthylique pur ou de l'alcool "fin").
- 2.3 Solution aqueuse d'acide acétique, 1+ 2 (en volume) ajustée de telle sorte que 1,5 ml exactement neutralise (phénolphthaléine comme indicateur) 5 ml de la solution hydro-alcoolique d'hydroxyde de potassium (2.1).

3. Préparation de l'échantillon

Eliminer l'eau de l'huile par décantation et filtration sur papier à une température légèrement plus élevée que le point de fusion de certains constituants solides qui pourraient se séparer de la matière grasse liquide.

4. Mode opératoire

- 4.1 Introduire 1 ml de matière grasse et 5 ml de la solution de potasse dans une éprouvette.
- 4.2 Relier au condenseur et chauffer modérément en agitant de temps à autre en tournant jusqu'à saponification complète, c'est-à-dire jusqu'à obtention d'une solution parfaitement limpide.
- 4.3 Laisser refroidir. Débrancher le condenseur. Ajouter 1,5 ml de la solution d'acide acétique et 50 ml de la solution d'alcool. Mettre en place le thermomètre et homogénéiser.
- 4.4 Placer l'éprouvette dans un bécher rempli d'eau à 23-25°C. S'il se forme un précipité flocculeux, laisser reposer en position verticale pendant une heure à la même température et filtrer dans une éprouvette.
- 4.5 Fixer le thermomètre sur l'éprouvette contenant la solution limpide. Mettre un instant l'éprouvette dans un bécher rempli d'eau à une température inférieure d'environ 10°C à l'indice de Bellier estimé. Retirer l'éprouvette et égaliser la température du contenu en la renversant à plusieurs reprises (la vitesse de refroidissement devrait être de l'ordre de 1°C par minute). Répéter cette opération jusqu'à apparition d'une opalescence. Noter la température.
- 4.6 Relever la température de quelques degrés afin de dissoudre le précipité. Homogénéiser en renversant l'éprouvette. Laisser refroidir. Le refroidissement devrait être lent ; secouer plus fréquemment quand la température s'approche de celle qui a été notée la première fois. La température à laquelle l'opalescence réapparaît est, par exemple, t° = indice de Bellier.

5. Tolérances autorisées

L'écart entre deux déterminations parallèles ne doit pas excéder 0,25°C.

TEST DES HUILES SEMI-SICCATIVES

Appareillage :

- Erlenmeyer de 50 ml muni d'un bouchon.
- Bain de glace fondante.

Réactifs :

- Hexane ou, à défaut, éther de pétrole distillant entre 40° et 60° et présentant un indice de brome inférieur à 1, exempt de résidus.
- Réactif au brome préparé par addition goutte à goutte, en agitant après chaque adjonction, de 4 ml de brome chimiquement pur (la présence de chlore empêche la réaction) dans 100 ml d'hexane ou d'éther de pétrole réfrigéré à 0°C et maintenu sur la glace fondante jusqu'au moment de l'emploi.

Mode opératoire

L'huile à examiner doit avoir été préalablement filtrée et débarrassée de son eau. Introduire 1 ml d'huile dans l'erenmeyer préalablement séché. Ajouter 10 ml d'hexane. Disposer l'erenmeyer bouché sur la glace fondante. Au bout de 5 minutes, ajouter 10 ml de réactif au brome, chaque fois en petites quantités, tout en agitant et en maintenant la température à 0°C. La couleur de la solution doit clairement indiquer tout excès de brome. Laisser l'erenmeyer sur la glace fondante pendant une heure, puis noter l'aspect de la solution. Si des huiles semi-siccatives sont présentes, on observera un précipité flocculeux plus ou moins important selon le pourcentage de l'adultération et la nature des huiles adultérantes.

La solution demeure limpide et transparente dans le cas des huiles d'olive authentiques.

TEST DE L'HUILE DE GRIGNONS D'OLIVE

Appareillage :

- Ballon de 100 ml équipé d'un condenseur à reflux.
- Pipette de 5 ml graduée en dixièmes.
- Pipette de 5 ml.
- Eprouvette de 50 ml.
- Appareil de chauffage destiné à maintenir le ballon à environ 80°C.
- Thermomètre gradué de 15° à 60°.

Réactifs :

Comme pour l'indice de Bellier (voir page 32)

Préparation de l'échantillon :

Comme pour l'indice de Bellier (voir page 32)

Mode opératoire :

Introduire dans le ballon environ 1 g de l'échantillon préparé comme indiqué ci-dessus. Ajouter 5 ml de la solution alcoolique de potasse. Mettre le condenseur en place et porter à ébullition. Laisser bouillir pendant 10 minutes, en secouant de temps à autre. Laisser refroidir à la température ambiante. Ajouter 1,5 ml de solution d'acide acétique et 50 ml de solution d'alcool éthylique préalablement chauffées à 50°C. Mélanger en secouant, introduire le thermomètre, laisser refroidir et noter l'aspect de la solution à 45°C. S'il y a apparition d'un précipité flocculeux à une température supérieure à 40°C, le test est positif.

Laisser refroidir à la température ambiante (pas au-dessous de 18°C) pendant au moins 12 heures. Observer à nouveau la solution : la formation d'un précipité flocculeux, en suspension au milieu du liquide, indique également un résultat positif. Une opalescence non flocculeuse n'indique pas la présence d'huile de grignons d'olive.

NOTE : Il arrive, mais rarement, que certaines huiles d'olive vierges de seconde pression donnent un résultat positif.

TEST DE L'HUILE DE COTON

Appareillage :

- Eprouvettes de 250 mm x 25 mm.
- Bain-marie à température réglable.
- Appareil de chauffage pour maintenir les éprouvettes à 110°-115°C.

Réactifs :

Mélanger en volumes égaux de l'alcool amylique et une solution de 1 g de soufre dans 100 ml de sulfure de carbone.

Mode opératoire :

Introduire environ 10 ml de l'huile dans une éprouvette, ajouter le même volume de réactif ; secouer et garder sur bain-marie à 70°-80°C en secouant jusqu'à évaporation complète du sulfure de carbone (5 minutes suffisent en général), la fin du processus étant indiquée par l'apparition de fumées légères au-dessus du liquide. Placer l'éprouvette sur l'appareil de chauffage et l'y maintenir à 110°-120°C pendant 2 heures.

Une coloration rouge ou rose ^{indique} traduit la présence d'huile de coton. L'apparition d'une couleur orange ne doit pas être interprétée comme preuve de la présence d'huile de coton.

NOTE : Le chauffage de l'huile de coton à une température supérieure à 170°C provoque la destruction progressive des acides cyclo-propanoïques responsables de la coloration. Leur destruction est pratiquement totale à 200°C.

TEST DE L'HUILE DE THE

Appareillage :

- Eprouvette de 150 mm x 15 mm.
- Pipette de 2 ml graduée en dixièmes.
- Compte-goutte étalonné de manière que 7 gouttes d'huile pèsent environ 0,22 g.
- Bain-marie à 5°C.

Réactifs :

- Chloroforme analytiquement pur.
- Acide sulfurique concentré (d = 1,84) analytiquement pur.
- Anhydride acétique analytiquement pur.
- Oxyde diéthylique analytiquement pur.

Mode opératoire :

Avec la pipette graduée, introduire dans l'éprouvette 0,8 ml d'anhydride acétique, 1,5 ml de chloroforme et 0,2 ml d'acide sulfurique. Refroidir à 5°C, puis ajouter environ 0,22 g d'huile. Si une opalescence apparaît, ajouter goutte à goutte, tout en agitant, de l'anhydride acétique jusqu'à ce que la solution redevienne limpide. Maintenir à 5°C pendant 5 minutes. Ajouter 10 ml d'oxyde diéthylique préalablement refroidi à 5°C. Boucher l'éprouvette et mélanger immédiatement en renversant l'éprouvette à deux reprises. Remettre l'éprouvette sur le bain à 5°C et observer la couleur.

Si de l'huile de thé est présente, une coloration rouge apparaîtra en l'espace d'une minute environ.

NOTE : Une coloration rose ne peut être considérée comme une preuve de la présence d'huile de thé, car certaines huiles d'olive donnent lieu à cette coloration.

TESTS DE L'HUILE DE SESAME

A. Mise en évidence de la sésamoline

Appareillage :

- Eprouvette graduée de 50 ml munie d'un bouchon.

Réactifs :

- Acide chlorhydrique concentré (d = 1,18)
- Solution à 2 pour cent de furfurol fraîchement distillé dans de l'alcool à 95°.

Mode opératoire :

Introduire dans l'éprouvette graduée 10 ml d'huile et 10 ml d'acide chlorhydrique. Boucher et secouer vigoureusement pendant 30 secondes. Laisser reposer. Ajouter 0,5 ml de la solution de furfurol. Boucher et secouer à nouveau. Laisser reposer et décantier. Si la couche inférieure ne vire pas au rouge, le test est négatif.

Si une coloration rouge apparaît, ajouter 10 ml d'eau et secouer légèrement. Laisser reposer. Si la coloration disparaît, le test est négatif. Si elle persiste, le test est positif. Les huiles de sésame raffinées ne donnent pas toujours une réaction positive avec cette méthode.

B. Mise en évidence de la sésamine

Appareillage :

- Eprouvette graduée de 25 ml munie d'un bouchon.
- Bécher à décantation d'environ 50 ml.
- Capsule de porcelaine à fond plat d'environ 60 mm de diamètre.

Réactifs :

- Acide sulfurique concentré ($d = 1,84$).
- Solution à 0,35 pour mille de furfurool fraîchement distillé dans de l'anhydride acétique.

Mode opératoire :

Introduire dans l'éprouvette 10 ml d'huile et 5 ml de la solution de furfurool. Boucher et secouer vigoureusement pendant une minute environ. Verser le mélange dans le bécher à décantation et laisser reposer. Introduire une partie du dépôt dans la capsule et ajouter 6 ou 7 gouttes d'acide sulfurique. Mélanger en agitant doucement la capsule.

Le test est positif si une coloration bleu-verdâtre apparaît.

Les huiles de sésame, même raffinées, donnent une réaction positive.

EXTINCTION SPECIFIQUE DANS L'ULTRA-VIOLET

Appareillage :

- Spectrophotomètre UV pour déterminations entre 210 et 300 nm.
- Cuvettes de quartz de 1 cm d'épaisseur.
- Flacons jaugés de 50 ml et 500 ml.
- Pipettes.

Réglage de l'équipement :

Dissoudre 0,2 g de chromate de potassium anhydre dans exactement 1 litre d'une solution d'hydroxyde de potassium 0,05 N. Introduire 25 ml exactement mesurés de cette solution dans un flacon de 500 ml et porter au trait de jauge par adjonction de solution d'hydroxyde de potassium 0,05 N. Déterminer la densité optique de cette dernière solution par comparaison avec la solution d'hydroxyde de potassium 0,05 N servant de solution de référence, dans une cuvette de 1 cm. A 275 nm, la densité optique devrait être de $0,200 \pm 0,005$.

Réactif :

Cyclohexane spectrophotométriquement pur : transmission minimum à 220 nm : 40 pour cent de transmission minimum à 250 nm : 95 pour cent par comparaison avec de l'eau distillée.

Mode opératoire :

Si l'huile n'est pas entièrement limpide à la température ambiante, filtrer avant de procéder aux déterminations. Introduire environ 0,5 g d'huile (quantité pesée avec précision) dans le flacon jaugé de 50 ml. Ajouter du cyclohexane jusqu'au trait de jauge et secouer. Remplir une cuvette avec cette solution et déterminer la densité optique en utilisant le cyclohexane comme solution de référence. Faire des déterminations à 232 nm et 270 nm. Dans la région de 270 nm, déterminer la longueur d'onde m du maximum d'absorption et déterminer la densité optique à λ_m , λ_{m-4} et λ_{m+4} , en établissant pour λ_{m-4} et λ_{m+4} les longueurs d'onde 4 nm au-dessus et au-dessous du maximum.

Expression des résultats :

a) Calcul de l'extinction spécifique

$$E \frac{1\%}{1 \text{ cm}} \lambda = \frac{A \lambda}{c l}$$

où $E \frac{1\%}{1 \text{ cm}} \lambda$ = extinction spécifique à la longueur d'onde λ ,

$A \lambda$ = densité optique lue sur le spectrophotomètre,
 c = concentration de la solution en g/100 ml et
 l = épaisseur de la cuvette en centimètres.

Si la densité optique lue est inférieure à 0,2 refaire une mesure avec une solution plus concentrée. Si elle est supérieure à 0,8 refaire une mesure avec une solution moins concentrée.

b) Calcul de ΔE - Appliquer la formule suivante :

$$\Delta E = E \lambda_m - \frac{E \lambda_{m-4} + E \lambda_{m+4}}{2}$$

c) Détermination de l'extinction spécifique après passage dans l'alumine

Introduire 30 g d'alumine pour chromatographie - spécifications de Brockman (perte à 300°C, environ 5 %) - dans une colonne pour chromatographie d'environ 35 mm de diamètre et de 45 cm de longueur, munie d'un tube d'écoulement d'environ 10 mm de diamètre. Tasser l'alumine mécaniquement en frappant à plusieurs reprises sur un morceau de bois la colonne maintenue verticale. Introduire dans la colonne ainsi préparée 100 ml d'une solution à 10 % d'huile et d'hexane. Recueillir les produits d'écoulement et évaporer le solvant sous vide à une température inférieure à 25°C. Avec l'huile ainsi obtenue, déterminer immédiatement l'extinction spécifique à 270 nm, selon la procédure décrite plus haut.

NOTE : La détermination de l'extinction spécifique dans l'ultra-violet est essentiellement une mesure de l'état d'altération de l'huile. Elle ne constitue pas spécifiquement une mesure de son degré de raffinage. Dans quelques cas particuliers, des huiles vierges anormalement altérées peuvent présenter des caractéristiques spectrales voisines de celles des huiles raffinées.

TEST DU SAVON

Appareillage :

- Eprouvette de 150 mm x 15 mm.

Réactifs :

- Solution à 0,1 % de bleu de bromophénol dans de l'alcool éthylique à 96°.
- Acétone fraîchement distillée, teneur en eau 2 %.

Quelques gouttes de la solution de bleu de bromophénol devraient faire virer au jaune/jaune-vert l'acétone à 2 % d'eau.

Mode opératoire :

Introduire dans l'éprouvette 10 ml d'acétone et 1 goutte de la solution de bleu de bromophénol. La solution devrait présenter une couleur jaune. Dans le cas contraire, rincer l'éprouvette avec de l'acétone jusqu'à disparition de la couleur bleue. Introduire 10 g d'huile dans l'éprouvette, mettre un bouchon propre, secouer et laisser reposer. La couche acétonique inférieure ne devrait pas être bleue, ce qui indiquerait la présence de savon.

A. METHODES D'ANALYSE PROPOSEES POUR LES FRUITS ET LEGUMES TRAITES
(soumises aux gouvernements pour observations à l'étape 3)

1. a) Poids égoutté (pour les conserves de haricots verts, haricots beurre, pêches, pomelos, asperges, ananas et petits pois)

Détermination effectuée selon la méthode pertinente pour les fruits et légumes traités qui figure dans "Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists" (dernière édition) ou toute autre méthode normalisée donnant des résultats équivalents.

- b) Poids égoutté (uniquement pour les tomates en conserve)

- i) Enlever le couvercle du récipient; toutefois, dans le cas des récipients à couvercle fixé par double sertissage, ne pas enlever le double sertissage ni en modifier la hauteur.
- ii) Vider le récipient ouvert de manière à en répartir le contenu sur les mailles d'un tamis circulaire préalablement pesé ou dont le poids à vide est connu.
- iii) Sans déplacer les tomates, incliner le tamis de manière à faciliter l'égouttage du liquide.
- iv) Laisser égoutter pendant deux minutes.
- v) Après les deux minutes d'égouttage, mesurer le poids des tomates égouttées alors qu'elles sont encore sur le tamis, en tenant compte de la tare (ou poids du tamis).

Spécifications concernant les tamis circulaires:

- i) Si le poids du contenu total du récipient est égal ou supérieur à 1,5 kg (3 livres), utiliser un tamis ayant 20 cm (8 pouces) de diamètre.
- ii) Si le poids du contenu total du récipient est égal ou supérieur à 1,5 kg (3 livres), utiliser un tamis ayant 30 cm (12 pouces) de diamètre.
- iii) Les mailles de ces tamis sont faites avec du fil de fer de 0,054 pouce (1,3716 mm) de diamètre tressé de manière à former des ouvertures carrées de 0,446 pouce (11,3284 mm) de côté.

2. Solides insolubles dans l'alcool (pour les petits pois en conserve)

Détermination effectuée selon la méthode pertinente pour les fruits et légumes traités qui figure dans "Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists" (dernière édition) ou toute autre méthode normalisée donnant des résultats équivalents.

3. Extrait sec soluble total (pour la purée de pommes en conserve)

La détermination de la teneur en extrait sec soluble total et/ou la mesure du nombre de degrés Brix seront effectuées au réfractomètre sans corrections relatives à l'extrait sec insoluble ou à l'acidité, mais avec correction de température rapportée à 20°C.

4. Evaluation des fils durs (pour les haricots verts et haricots beurre en conserve)

Un fil dur est un fil qui résiste à un poids de 250 g (8 onces) pendant cinq (5) secondes ou plus.

5. Détermination des sels calciques (pour les tomates en conserve)

- a) Méthode (s) figurant dans "Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists" (Etats-Unis); ou
- b) Méthode (s) donnant des résultats comparables, par exemple celles que met actuellement au point l'ISO TC 34/SC 3.

6. Densité du sirop (pour les conserves de pomelos, ananas et pêches)

Densité finale du sirop exprimée en degrés Brix et déterminée dans le produit fini en conserve selon une méthode normalisée (aérométrie ou réfractométrie).

B. METHODES D'ECHANTILLONNAGE POUR LES FRUITS ET LEGUMES TRAITES

1. Echantillonnage (pour les conserves de tomates, haricots verts, haricots beurre, pêches, pomelos, asperges, ananas, petits pois)

L'échantillonnage doit être effectué en conformité des Plans d'échantillonnage proposés pour l'évaluation de la qualité des fruits et légumes traités (voir par. 14 du présent rapport et Annexe VI).

2. Taille des unités d'échantillonnage (pour les ananas en conserve)

Pour les besoins de la vérification de la conformité aux spécifications de qualité de toutes les conserves d'ananas autres que les lamelles, les cubes, les miettes et les brisures, l'unité d'échantillonnage est le récipient tout entier.

Dans le cas des lamelles, des cubes, des miettes ou des brisures, l'unité d'échantillonnage est constituée :

- a) par le récipient tout entier si sa capacité est égale ou inférieure à 1 litre; ou
- b) par 600 grammes d'ananas égoutté (prélevés dans un mélange représentatif) lorsque le récipient a une capacité supérieure à 1 litre.

PLANS D'ECHANTILLONNAGE PROPOSES POUR L'EVALUATION DE LA
QUALITE DES FRUITS ET LEGUMES TRAITES

ANNEXE VI

(soumis à la Commission du Codex Alimentarius à l'étape 5)

DOMAINE D'APPLICATION

Les plans d'échantillonnage ci-joints contiennent des tableaux pour l'échantillonnage et l'inspection des fruits et légumes traités. Ces plans prévoient 1) des niveaux d'inspection, 2) la taille des échantillons par rapport à celle des lots et des récipients et 3) des critères d'acceptation (ou de refus). Ces plans valent pour l'examen ou l'essai de récipients individuels (ou sous-échantillons) prélevés dans un lot déterminé. Ils ne fixent pas dans le détail la procédure à suivre pour examiner l'échantillon après son prélèvement. Toutefois, lorsque l'échantillon a été examiné conformément aux dispositions d'une norme ou spécification et qu'une décision a été prise quant aux caractères acceptables ou "défectueux" des récipients ou unités d'échantillonnage, les plans ci-joints comportent des critères d'acceptation permettant de déterminer si le lot satisfait ou ne satisfait pas aux exigences qualitatives de la norme.

Les plans d'échantillonnage sont essentiellement prévus pour couvrir les spécifications de qualité fixées par la norme concernant le produit considéré. Aux fins du présent document, le terme "qualité" s'entend des facteurs ou caractéristiques du produit évalué à l'aide de déterminations organoleptiques ou physiques. Parmi ces caractéristiques, on peut citer la couleur, la saveur, la consistance, les défauts, la taille et l'aspect. Les plans peuvent également servir à d'autres déterminations, par exemple à la mesure des degrés Brix, du poids net ou du poids égoutté, sous réserve que les critères d'acceptation soient établis en fonction d'un NQA de 6,5. Toutefois, ils ne concernent pas les facteurs qui risquent de présenter un danger pour la santé ou qui sont insalubres ou inadmissibles pour le consommateur. Les facteurs de cette dernière catégorie comprennent notamment les résidus de pesticides, les contaminants, le bombage des boîtes et les matières étrangères.

DEFINITIONS

Niveau de qualité admissible (NQA) - pourcentage maximum d'unités défectueuses permis dans un lot qui sera accepté à peu près dans 95 pour cent des cas. Par exemple, un plan d'échantillonnage avec un NQA de 6,5 acceptera dans 95 pour cent des cas environ un lot ou une production contenant 6,5 pour cent d'unités défectueuses

Nombre limite d'acceptation (c) - chiffre qui, dans un plan d'échantillonnage indique le nombre maximum d'unités défectueuses que l'échantillon peut contenir pour que le lot soit considéré comme satisfaisant aux dispositions d'une norme ou aux spécifications établies.

Risque-consommateur - risque pour le consommateur qu'un plan d'échantillonnage accepte un lot non conforme aux spécifications établies.

Unité défectueuse - unité d'échantillonnage ou récipient non conforme aux dispositions d'une norme ou aux spécifications établies. Aux fins des opérations d'inspection pour acceptation des fruits et légumes traités, les unités défectueuses font l'objet des précisions ci-après :

- a) lorsque la norme prévoit des niveaux ou classes de qualité facultatifs, une "unité défectueuse" est une unité d'échantillonnage ne correspondant pas au niveau de qualité prévu, mais conforme à celui de la catégorie immédiatement inférieure.

- b) lorsque la norme prévoit un niveau de qualité minimum ou unique, une "unité défectueuse" est une unité d'échantillonnage qui ne correspond pas à ces spécifications minimums de qualité, sous réserve que ce manque de conformité soit peu marqué et ne constitue pas un élément inacceptable pour le consommateur.

Inspection - opération consistant à mesurer, examiner, tester un récipient ou une unité de produit ou à en vérifier autrement la conformité par rapport aux dispositions d'une norme ou aux spécifications établies.

Niveau d'inspection - quantité échantillonnée dans des lots d'un produit donné ou d'une classe particulière de produits.

Lot - pris également au sens de "lot soumis à l'inspection" - ensemble de récipients primaires, ou d'unités, de même format, type et mode de présentation, qui contiennent des produits fabriqués ou traités dans des conditions essentiellement semblables.

Taille du lot (N) - nombre de récipients primaires ou d'unités constituant le lot.

Unité d'échantillonnage - récipient individuel (récipient primaire), fraction du contenu du récipient primaire ou mélange composite d'un produit que l'on examine ou teste en tant qu'unité simple.

Echantillon - tout ensemble d'unités d'échantillonnage servant à l'inspection. En règle générale, l'échantillon comprend tous les récipients ou unités d'échantillonnage prélevés dans un lot déterminé aux fins d'examen ou d'essai.

Echantillonnage - opération consistant à prélever ou à choisir des récipients ou des unités d'échantillonnage dans un lot ou ensemble de produits.

Taille de l'échantillon (n) - nombre de récipients ou d'unités faisant partie de l'échantillon total prélevé dans un lot ou un ensemble de produits.

Plan d'échantillonnage - système d'échantillonnage prévoyant les tailles des échantillons, les niveaux d'inspection et les nombres limites d'acceptation et de refus de manière à pouvoir décider s'il y a lieu d'accepter ou de refuser le lot ou la production sur la base des résultats de l'inspection et de l'examen de l'échantillon.

METHODE

L'application des plans ci-joints suppose la connaissance des données suivantes :

Format du récipient
Niveau d'inspection
Taille du lot - nombre de récipients primaires du lot
Dispositions de la norme ou spécifications établies concernant la qualité du produit

Ces renseignements étant connus, on procède aux opérations ci-après :

- 1) Prendre le tableau d'échantillonnage ci-joint
- 2) Choisir le niveau d'inspection jugé le plus approprié dans le cas particulier, en tenant compte des recommandations ci-après :
 - Niveau I - Dépistage rapide ou petits lots au stade du détail
 - Niveau II - Echantillonnage normal
 - Niveau III - Différends, contrôle officiel ou nécessité de procéder à une meilleure estimation du lot
- 3) Convertir la taille du lot en nombre de récipients primaires

- 4) Déterminer le nombre d'unités d'échantillonnage à prélever dans le lot soumis à l'inspection en tenant compte du format du récipient, de la taille du lot et du niveau d'inspection.
- 5) Choisir au hasard dans le lot le nombre voulu d'unités d'échantillonnage en tenant dûment compte, lors du prélèvement, du code utilisé ou des autres marques d'identification.
- 6) Vérifier la conformité du produit par rapport aux dispositions de la norme ou aux spécifications établies. Considérer comme "unité défectueuse" tout récipient ou unité d'échantillonnage qui ne correspond pas au niveau de qualité spécifié dans la norme.
- 7) Considérer le lot comme acceptable lorsque le nombre d'unités défectueuses ne dépasse pas le nombre limite d'acceptation c) du plan d'échantillonnage pertinent.
- 8) Considérer le lot comme non conforme lorsque le nombre d'unités défectueuses dépasse le nombre limite d'acceptation du plan.

Exemple 1 : Dépistage rapide (niveau d'inspection I)

Soit un lot consistant en 300 boîtes de 28 onces chacune. On désire échantillonner le lot pour obtenir des données générales sur l'étiquetage, la couleur, la dimension des unités et la composition du sirop. On choisit dans ce cas le niveau d'inspection I afin que l'échantillon soit aussi petit que possible.

Taille du lot - 300 boîtes
 Format des boîtes - 28 onces (prendre dans le tableau la colonne des récipients dont le poids est inférieur à 2,2 livres)
 Niveau d'inspection - I
 Taille de l'échantillon - 1
 Nombre limite d'acceptation c) - 0

Si l'examen montre que le produit est satisfaisant, aucune inspection complémentaire n'est nécessaire. En revanche, si le récipient est mal étiqueté, ne présente pas la couleur voulue, ou est autrement non satisfaisant, le lot doit être refusé sans nouvel examen.

NOTE: Dans la plupart des cas, on considère qu'un échantillon de taille 1 n'est pas satisfaisant. Toutefois, on est parfois obligé de prendre une décision avec des échantillons constitués de trois boîtes ou moins.

Exemple 2 : Inspection renforcée (niveau d'inspection III)

Soit un lot consistant en 1 200 caisses contenant chacune 12 cartons de 2,5 livres. On décide dans ce cas de prélever un échantillon plus grand qu'en temps normal en vue d'éventuels différends au sujet de la qualité du produit.

Taille du lot - $1\ 200 \times 12 = 14\ 400$ cartons
 Format des boîtes - 2,5 livres (prendre dans le tableau la colonne des récipients dont le poids est compris entre 2,2 et 10 livres)
 Niveau d'inspection - III
 Taille de l'échantillon - 29
 Nombre limite d'acceptation c) - 4

Au cours de l'examen du produit, si 4 cartons ou moins sont jugés défectueux, le lot est considéré comme acceptable. Si plus de 4 cartons sont jugés défectueux, le lot n'est pas conforme aux critères d'acceptation du plan.

Exemple 3 : Inspection normale (niveau d'inspection II)

Soit un lot consistant en 800 caisses contenant chacune 6 boîtes de 6,5 livres.

Taille du lot - $800 \times 6 = 4\ 800$ boîtes
Format des boîtes - 6,5 livres (prendre dans le tableau la colonne des
récipients dont le poids est compris entre 2,2
et 10 livres)
Niveau d'inspection - II
Taille de l'échantillon - 6
Nombre limite d'acceptation c) - 1

Dans cet exemple, le lot est offert et présenté comme correspondant au niveau de qualité A conformément à une norme qui prévoit trois catégories de qualité, à savoir A, B et C. Si l'examen du produit révèle que tous les récipients sont de la catégorie A ou que 5 récipients sont de la catégorie A et un de la catégorie B, on considère que le lot est acceptable et correspond aux spécifications de qualité pour la catégorie A. En revanche, si deux récipients ou plus ne correspondent pas aux spécifications de la catégorie A, ou si l'un quelconque des récipients présente des caractéristiques inférieures aux spécifications de la catégorie B, le lot est considéré comme inacceptable et non conforme aux spécifications pour la catégorie A. On examinera ensuite s'il est conforme aux spécifications pour la catégorie immédiatement inférieure (catégorie B) et l'on appliquera les mêmes procédures d'acceptation pour cette catégorie-là. Si le lot ne correspond pas aux spécifications de la catégorie B, on l'examinera à nouveau pour déterminer s'il est conforme aux spécifications de la catégorie C.

PLANS D'ECHANTILLONNAGE ET NIVEAUX D'INSPECTION

FRUITS ET LEGUMES TRAITES

(NQA - 6,5)

TAILLE DU LOT

N I V E A U X D ' I N S P E C T I O N

(Réipients
primaires)

I

II

III

	Poids net égal ou inférieur à 2,2 livres (1 kg)					
	n	c	n	c	n	c
2 400 ou moins	1	0	3	0	13	2
2 401-12 000	3	0	6	1	21	3
12 001-24 000	6	1	13	2	29	4
24 001-48 000	13	2	21	3	48	6
48 001-84 000	21	3	29	4	84	9
84 001-144 000	29	4	48	6	126	13
144 001-240 000	48	6	84	9	200	19
plus de 240 000	84	9	126	13	315	28
	Poids net supérieur à 2,2 livres (1 kg) mais inférieur à 10 livres (4,5 kg)					
	n	c	n	c	n	c
1 200 ou moins	1	0	3	0	13	2
1 201-7 200	3	0	6	1	21	3
7 201-15 000	6	1	13	2	29	4
15 001-24 000	13	2	21	3	48	6
24 001-42 000	21	3	29	4	84	9
42 001-72 000	29	4	48	6	126	13
72 001-120 000	48	6	84	9	200	19
plus de 120 000	84	9	126	13	315	28
	Poids net supérieur à 10 livres (4,5 kg)					
	n	c	n	c	n	c
300 ou moins	1	0	3	0	13	2
301-1 200	3	0	6	1	21	3
1 201-2 000	6	1	13	2	29	4
2 001-7 200	13	2	21	3	48	6
7 201-15 000	21	3	29	4	84	9
15 001-24 000	29	4	48	6	126	13
24 001-42 000	48	6	84	9	200	19
plus de 42 000	84	9	126	13	315	28

n = nombre de réipients primaires dans
l'échantillon

c = nombre limite d'acceptation

LISTE DES METHODES D'ANALYSE POUR LES AGENTS DE CONSERVATION
SOUMISES AUX COMITES DU CODEX INTERESSES S'OCCUPANT DE PRODUITS

Note du Secrétariat

La présente liste est tirée d'un document préparé par la délégation des Pays-Bas (SP 10/101, Codex/ANALYS/67-10) et transmis aux Services centraux de liaison avec le Codex. Ceux qui désirent formuler des observations sur les méthodes d'analyse énumérées dans la présente annexe voudront bien consulter le document original qui contient un exposé complet (description et comparaison) sur les diverses méthodes. Des exemplaires du document néerlandais peuvent être obtenus auprès du Chef de la Sous-Division des normes alimentaires, FAO, Rome.

I. Anhydride sulfureux
(acide sulfureux total)

I.1 Méthodes qualitatives

I,1.a. Kaplan E., J.Am.Offic.Agric.
Chemists 44, 485 (1961)

Viande

"Test au vert de malachite pour la mise en évidence des sulfites dans la viande"

I,1.b. Roemmele O., Arch. Levenam.Hyg. 1,
278 (1956)

"Méthode simple, rapide et sûre pour déceler le sulfite de sodium dans la viande hachée, à l'aide de papier à l'iodate de potassium-amidon"

I,2 Méthodes quantitatives

Pulpe de fruits
et
Fruits séchés

I,2.a. Principe de Monier-Williams, modifié
par Zonneveld, procédure décrite par
Tanner

Fruits séchés

et
I,2.b. Nury F.S. et H.R. Bohm, J.Assoc.
Offic.Anal.Chemists 48, 796 (1965)

Jus de fruits conservés
selon des procédés chi-
miques et destinés à la
consommation directe

I,2.c. Principe de Monier-Williams,
procédure décrite par Tanner

Pectine de fruits
liquide pour usages
domestiques
Confitures, gelées
et marmelades

I,2.d. Principe de Monier-Williams,
modifié par Zonneveld, procédure
décrite par Tanner

Sirop de glucose pour
usages industriels.
Sucre blanc

I,2.e. Principe de Monier-Williams,
procédure décrite par Tanner

Légumes séchés
Pommes de terre séchées

I,2.f. Principe de Monier-Williams,
modifié par Zonneveld, procédure
décrite par Tanner

Bière et vins

I,2.g. Principe de Monier-Williams,
procédure décrite par Tanner

II. Acide sorbique

Produits à base de fruits
margarine
fromage
conserves de poisson

II.1 Méthodes qualitatives

II,1.a. Genest Chr. et D.G. Chapman,
J.Assoc.Offic.Agric.Chemists 43,
438 (1960)

"Extraction qualitative de certains
antimicrobiens des aliments"

II,1.b. Gosselé J.A.W. et al., J.Chromatog.
23 305 (1966)

"Séparation d'agents de conservation par
chromatographie sur couche mince"

II.2 Méthodes quantitatives

II,2.a. Roose J.B. et A.Veranel, Chem.
Weekblad 55, 521 (1959)

"Détermination spectrophotométrique de
l'acide sorbique dans la margarine
et le beurre"

II,2.b. Schmidt H., Deuts.Lebensm.
Rundschau 58, 1 (1962)

"Détermination colorimétrique de
l'acide sorbique dans le vin"

II,2.c. Schmidt H. Z.Anal.Chem. 178, 173
(1960)

"Méthode spécifique de détermination de
l'acide sorbique"

II,2.d. Nury F.S. et H.R. Bolin,
J.Food Sci. 27, 370 (1962)

"Dosage colorimétrique du sorbate de
potassium dans les fruits séchés"

II,2.e. Carr W. et G.A. Smith, J.Assoc.
Public Analysts 2, 37 (1964)

"Détermination de l'acide sorbique dans les
pruneaux et les prunes au sirop"

Margarine

Vin
Vin de fruits

Denrées non alcoolisées,
p.ex. jus de fruits, fruits
séchés, confitures et jus de
fruits mères

III.Nitrates et nitrites

Viande et
produits carnés

III.1 Méthode qualitative

III,1.a. Diemair W, in "Laboratoriumsbuch für
den Lebensmittelchemiker"
8ème éd. (1963)

III.2 Méthodes quantitatives

III.2.a. Organisation internationale de
normalisation (ISO)

Viande et
produits carnés

"Détermination de la teneur en nitrites
de la viande et des produits carnés"

III. Nitrates et nitrites (suite)

Poissons et
produits dérivés

Lait et
produits laitiers a/

IV. Acide benzoïque

Boissons alcoolisées
et non alcoolisées
Denrées solides et
semi-solides

Margarine

III.2 Méthodes quantitatives

III.2.b. Organisation internationale de
normalisation (ISO)

"Détermination de la teneur en nitrates
de la viande et des produits carnés"

En ce qui concerne l'analyse des nitrates
et des nitrites dans les poissons et produits
dérivés, de plus amples renseignements sont
nécessaires. Aucune méthode ne peut être
proposée pour l'instant.

III.2.c. Hänni H, Mitt.Geb.Lebensm.
Unters. u Hyg. 42, 114 (1951)

"Méthode de détermination de la teneur
en nitrites du lait et des produits laitiers"

III.2.d. Hänni H, Mitt.Geb.Lebensm.
Unters u Hyg. 42, 114 (1951)

"Méthode de détermination de la teneur
en nitrates du lait et des produits laitiers"

IV.1 Méthodes qualitatives

IV,1.a. Official methods of Analysis of the
Association of Official Agricultural
Chemists, 10ème éd., 1965, p. 450
(27.002 - 27.004)

IV,1.b. Gosselé J.A.W. et al., J.Chromatog.
23, 305 (1966)

"Séparation d'agents de conservation par
chromatographie sur couche mince"

IV.2 Méthodes quantitatives

IV,2.a. Ross J.B. et A.Versnel, Chem.
Weekblad 55, 67 (1959)

L'acide sorbique peut être déterminé de la
même façon (voir II.2). Les mêmes auteurs
décrivent une méthode permettant de déter-
miner à la fois l'acide sorbique et l'acide
benzoïque (Deuts. Lebensm. Rundschau 56, 128
(1960)). La concentration des acides est
mesurée aux maximums d'absorption à 228 nm
(acide benzoïque), 258 nm (acide sorbique)
et 233,3 nm (point isobestique).

IV,2.b. Stanley R.L., J.Assoc.Offic.Agric.
Chemists 42, 486 (1959); ibid 43,
587 (1960)

a/ Soumise au Comité d'experts gouvernementaux sur le Code de principes concernant
le lait et les produits laitiers (voir par. 23).

IV. Acide benzoïque (suite)

Produits à base de tomates, confitures, gelées, boissons non alcoolisées et jus de fruits

Ibid et poisson salé et/ou séché

Viande

IV.2 Méthodes quantitatives

"Acide benzoïque dans les aliments"

La méthode est adoptée par l'AOAC et publiée dans "Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists", 10ème éd., 1965, p.451 (27.007-27.009)

IV,2.c. Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists, 10ème éd., 1965, p.450 (27.005-27.006).

IV,2.d. Stanley R.L., J.Assoc.Offic.Agric. Chemists 46, 616 (1963)

"Méthode rapide de dépistage des benzoates dans la viande"

LISTE DE METHODES D'ANALYSE POUR LES AGENTS ANTIOXYGENE
SOUMISE AUX COMITES DU CODEX INTERESSES S'OCCUPANT DE PRODUITS

Note du Secrétariat

La présente liste est tirée d'un document préparé par la délégation des Pays-Bas (SP 10/101, Codex/ANALYS/67-8) et transmis aux Services centraux de liaison avec le Codex. Ceux qui désirent formuler des observations sur les méthodes d'analyse énumérées dans la présente annexe voudront bien consulter le document original qui contient un exposé complet (description et comparaison) sur les diverses méthodes. Des exemplaires du document néerlandais peuvent être obtenus auprès du Chef de la Sous-Division des normes alimentaires, FAO, Rome.

I. Gallates

I.1 Méthodes qualitatives

Graisses et huiles

I,1.a. Schwein W.G., and H.W. Conroy, J. Am. Offic. Agric. Chemists 48, 489 (1965)

"Analyse qualitative du gallate de propyle, de l'acide nordihydroguaiarétique, du butylhydroxyanisol et du butylhydroxytoluène dans les graisses et les huiles".

La méthode est adoptée par l'AOAC (première section officielle) et publiée dans "Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists, 10ème édition, 1965, p.443.

I,1.b. Scheidt, S.A. and H.W. Conroy, J. Am. Offic. Anal. Chemists 49, 807 (1966)

"Détection du GP, du NDGA, du BHT et du BHA dans les graisses et les huiles par chromatographie sur couche mince".

I,1.c. L'extraction des gallates (de propyle, d'octyle et de dodécyle) peut s'effectuer de la façon proposée par Vos, H.J. et al. The Analyst 82, 362 (1957) (voir I.2.a). Séparation et détection ultérieure selon Sale T. and K. Salminen, Z. Lebensm. Unters. u. Forsch. 125, 167 (1964).

I,1.d. Une méthode fréquemment utilisée prévoit l'extraction des gallates de la graisse ou de l'huile avec de l'éthanol (72%) Riefer K.W., Mitt. Lebensm. Hyg. 53, 243 (1962); Mahon J.H. and R.A. Chapman, Anal. Chem. 23, 1116 (1951).

Autres denrées

Extraction de la graisse avec de l'éther de pétrole, puis I.1.a, I.1.b, (gallate de propyle uniquement) ou I.1.c. (GP, 60 et GD).

I. Gallates (suite)

I.2 Méthodes quantitatives

I,2.a. Vos H.J. et al., The Analyst 82, 362 (1957)

"Détermination quantitative des antioxygène gallates de propyle, d'octyle et de dodécyle dans les graisses et les huiles"

I,2.b. Sahasrabudhe M.R., J.Assoc.Offic. Agric.Chemists 47, 886 (1964)

"Application de la chromatographie sur couche mince à l'évaluation quantitative d'antioxygène: BHA, BHT, GP et NDGA"

I,2.c. Raadsveld C.W. and E.G. Koey, Neth. Milk and Dairy J. 15, 282 (1961)

"Détermination quantitative du gallate de dodécyle et du BHA dans le lait en poudre"

Graisses et huiles

Lait en poudre a/

II. Butylhydroxyanisol (BHA)

II.1 Méthodes qualitatives

II,1.a. Schwien W.G. and H.W. Conroy, J.Am. Offic.Agric.Chemists 48, 489 (1965)

"Analyse qualitative du gallage de propyle, de l'acide nordihydroguaiarétique, du butylhydroxyanisol et du butylhydroxytoluène dans les graisses et les huiles".

La méthode est adoptée par l'AOAC (première section officielle) et publiée dans "Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists, 10ème édition, 1965, p.443.

II,1.b. Scheidt S.A. and H.W. Conroy, J.Am. Offic.Anal.Chemists 49, 807 (1966)

"Détection du GP, du NDGA, du BHT et du BHA dans les graisses et les huiles par chromatographie sur couche mince".

Après extraction des antioxygène de la façon proposée par Schwien (voir II.1.a) ou Sahasrabudhe, J.Am.Offic.Agric. Chemists 47, 888 (1964), la séparation et la détection ultérieure du BHA peuvent se faire selon les méthodes décrites par:

II,1.c. Salo T. et al., Z.Lebensm. Unters. u Forsch. 125,450 (1964)

"Analyse des antioxygène par chromatographie sur couche mince"

a/ Soumise au Comité d'experts gouvernementaux sur le Code de principes concernant le lait et les produits laitiers (voir par. 25).

II. Butylhydroxyanisol (BHA) (Suite)

II.1 Méthodes qualitatives

II, BHA, BHT, NGDA et tocophérol"

II,1.d. Davidek J. et al., Z.Lebensm. Unters. u Forsch. 131, 345 (1967)

"Analyse des antioxygène par chromatographie sur couche mince"

II.1.c. Giannone L. Ind.Conserva 38, 209 (1963) via Chem. Abstr. 62, 13762 (1965)

Préparations pour bouillons

"Détection du BHA dans les préparations pour bouillons"

II.2 Méthodes quantitatives

II,2.a. Sloman et al. J.Am.Offic.Agric. Chemists 45, 76 (1962)

"Analyse de traces de BHA et de BHT dans les produits alimentaires"

II,2.b. Nordisk Metodik-Komite for Levnedsmidler. Nr 50, 1963

"Détermination quantitative des antioxygène BHA et BHT dans les graisses"

II,2.c. Sahasrabudhe M.R., J.Assoc.Offic. Agric.Chemists 47, 888 (1964)

"Application de la chromatographie sur couche mince à l'évaluation quantitative d'antioxygène: BHA, BHT, GP et NDGA"

Graisses, huiles et autres denrées

III. Butylhydroxytoluène (BHT)

III.1 Méthodes qualitatives

III,1.a. Schwien W.G. and H.W. Conroy, J.Am. Offic.Anal.Chemists 48, 489 (1965)

"Analyse qualitative du GP, du NDGA, du BHA et du BHT dans les graisses et les huiles"

Graisses et huiles

La méthode est adoptée par l'AOAC (première section officielle) et publiée dans "Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists, 10ème édition, 1965, p.443.

III.1.b. Scheidt S.A. and H.W. Conroy, J.Am. Offic.Anal.Chemists 49, 807 (1966)

III. Butylhydroxytoluène (BHT) (Suite), III.1 Méthodes qualitatives (suite)

"Détection du GP, du NDGA, du BHT et du BHA dans les graisses et les huiles par chromatographie sur couche mince"

Après séparation des antioxygène de la façon proposée par Schwien (III.1.a) ou Sahasrabudhe (voir I.2.b), la séparation et la détection ultérieures du BHT peuvent se faire selon les méthodes décrites par :

III,1.c. Salo T. et al., Z. Leberm. Unters u Forsch. 125, 450 (1964)

"Analyse des antioxygène par chromatographie sur couche mince"

II. BHA, BHT, NDGA et tocophérol".

III,1.d. Davidek J. et al., Z. Lebensm. Unters. u Forsch. 131, 343 (1967)

"Analyse des antioxygène par chromatographie sur couche mince"

III.2 Méthodes quantitatives

III,2.a. Szalkowski C.R. and J.B. Garber, J. Agr. Food Chem. 10, 490 (1962)

"Détermination du BHT: application aux graisses et huiles comestibles"

III,2.b. Sahasrabudhe M.R., J. Assoc. Offic. Agric. Chemist 47, 888 (1964)

"Application de la chromatographie sur couche mince à l'évaluation quantitative d'antioxygène: BHA, BHT, GP et NDGA"

III,2.c. Sloman K.G. et al., J. Am. Offic. Agric. Chemists 45, 76 (1962)

"Analyse de traces de BHA et de BHT dans les produits alimentaires"

III,2.d. Nordisk Metodik-Komitee for Levnedsmidler. Nr.50, 1963

"Détermination quantitative des antioxygène BHA et BHT dans les graisses".

Graisses et huiles

PROJET DE NORME PROVISOIRE CONCERNANT LA TECHNIQUE
DE PRELEVEMENT D'ECHANTILLONS D'ALIMENTS

(soumis aux gouvernements pour observations à l'étape 3)

1. DOMAINE D'APPLICATION

La présente norme décrit les procédures à suivre pour le prélèvement d'échantillons d'aliments de manière à obtenir à partir d'une unité (par exemple récipient en vrac, petit récipient pour la vente au détail, etc.) une partie (sous-échantillon) aussi représentative que possible de cette unité.

2. INSTRUCTIONS GENERALES

2.1 Instructions d'ordre administratif

- 2.1.1 Les prélèvements doivent être effectués par un agent assermenté indépendant ou autorisé, ayant reçu une formation technique appropriée. Il doit être exempt de toute maladie infectieuse.
- 2.1.2 Les prélèvements doivent, si possible, avoir lieu en présence de témoins représentant les parties intéressées.
- 2.1.3 Les prélèvements doivent être accompagnés d'un procès-verbal signé par l'agent assermenté ou autorisé et contresigné par des témoins éventuels. Ce procès-verbal doit mentionner le lieu, la date et l'heure du prélèvement, le nom et les titres de l'agent et des témoins éventuels, le mode opératoire exact suivi pour les prélèvements au cas où ce mode opératoire s'écarterait des méthodes normalisées prescrites, la nature et le nombre des unités constituant le lot, avec indication des marques d'identification éventuelles, le nombre d'échantillons prélevés dûment identifiés par rapport aux lots d'où ils ont été prélevés, ainsi que l'endroit où les échantillons seront acheminés. S'il y a lieu, le procès-verbal mentionnera également les conditions ou circonstances du prélèvement, par exemple : état des emballages et de leurs alentours, humidité et température atmosphériques, méthode de stérilisation du matériel de prélèvement, addition éventuelle aux échantillons d'agents de conservation et tous autres renseignements relatifs au produit échantillonné.
- 2.1.4 Chaque échantillon sera scellé et muni d'une étiquette mentionnant la nature du produit, les numéros et code d'identification éventuels du lot où a été prélevé l'échantillon, la date du prélèvement et le nom et la signature de l'agent ayant effectué le prélèvement. Si l'on estime que cela est nécessaire, on pourra exiger des renseignements supplémentaires tels que, par exemple, la masse de l'échantillon et celle de l'unité dont il provient.
- 2.1.5 Tous les échantillons seront prélevés au moins en double, une série étant conservée, si nécessaire, en chambre froide et mise dès que possible à la disposition de l'autre partie. Il est recommandé en outre, sous réserve de l'accord préalable des parties, de prélever des séries supplémentaires d'échantillons qui seront conservées pour un arbitrage indépendant s'il y a lieu. Aussitôt après le prélèvement, les échantillons devront être dirigés sur le laboratoire d'analyse.

2.2. Instructions d'ordre technique

2.2.1 Matériel de prélèvement

- 2.2.1.1 Les caractéristiques de ce matériel sont données pour chaque type de produit à échantillonner.
- 2.2.1.2 Prélèvements destinés à des analyses chimiques : le matériel et les récipients de prélèvement devront être secs et propres.
- 2.2.1.3 Prélèvements destinés à des analyses bactériologiques : le matériel de prélèvement devra être propre et être traité par l'une des méthodes suivantes :
- a) Séjour de deux heures dans l'air chaud à 170°C (on pourra alors conserver le matériel dans des conditions stériles).
 - b) Séjour de 15 à 20 minutes dans la vapeur à 120°C (autoclave) (on pourra alors conserver le matériel dans des conditions stériles).
 - c) Séjour d'une heure dans la vapeur à 100°C (le matériel devra être utilisé le jour même).
 - d) Séjour d'une minute dans l'eau à 100°C (le matériel devra être utilisé immédiatement).
 - e) Immersion dans de l'éthanol à 70% et flambage pour éliminer l'éthanol par combustion immédiatement avant l'emploi.
 - f) Exposition à une flamme d'hydrocarbure (propane, butane) en veillant à ce que toutes les surfaces utiles du matériel soient en contact avec la flamme immédiatement avant l'emploi.

Le choix de la méthode sera fonction de la nature, de la forme et des dimensions du matériel, ainsi que des conditions du prélèvement. Le matériel utilisé doit être stérilisé autant que possible selon l'une des deux méthodes a) ou b).

Les méthodes c), d), e), et f) ne seront considérées que comme méthodes secondaires.

2.2.2 Récipients de prélèvement

2.2.2.1 Produits liquides

Utiliser des récipients d'un matériau approprié, imperméable à l'eau et aux graisses (verre, métal inoxydable, matières plastiques appropriées) et susceptible d'être, si nécessaire, stérilisé suivant les méthodes figurant au par. 2.2.1.3, d'une forme et d'une contenance convenant au produit à prélever (définies dans chaque cas particulier). Les récipients devront être propres et secs.

Les récipients seront soigneusement clos soit par un bouchon en caoutchouc ou en matière plastique appropriée, soit par une capsule à vis métallique ou en matière plastique, munie intérieurement si nécessaire d'un joint d'étanchéité en matière plastique insoluble, non absorbante, imperméable aux graisses et non susceptible d'altérer l'odeur, la saveur ou la composition

de l'échantillon. Lorsqu'on se sert de bouchons en caoutchouc, ceux-ci seront recouverts d'une matière non absorbante, inodore (matière plastique par exemple) avant d'être introduits dans le goulot du récipient d'échantillons. Des sacs en matière plastique peuvent également être utilisés.

2.2.2.2 Produits solides ou pâteux

Utiliser des récipients cylindriques à large ouverture, d'un matériau approprié, imperméable à l'eau et aux graisses (verre, métal inoxydable, matières plastiques appropriées) et susceptible d'être, si nécessaire, stérilisé selon les méthodes figurant au par. 2.2.1.3, d'une contenance en rapport avec l'importance de l'échantillon à prélever (définie dans chaque cas particulier). Les récipients devront être propres et secs. Ils devront être rendus étanche à l'air selon l'une des méthodes indiquées au par. 2.2.2.1. Des sacs en matière plastique appropriée peuvent également être utilisés.

2.2.2.3 Petits récipients pour la vente au détail

Les échantillons doivent être constitués par les contenus de ces récipients eux-mêmes, intacts et fermés.

2.2.3 Technique de prélèvement

La méthode exacte de prélèvement et la masse ou le volume du produit à prélever comme échantillon varient selon la nature des produits et le but assigné au prélèvement. Ces éléments sont définis dans chaque cas particulier.

2.2.4 Conservation des échantillons

2.2.4.1 Les échantillons de produits liquides ou de fromage pourront être additionnés d'un agent de conservation convenable pour l'analyse chimique. Celui-ci ne doit pas fausser les résultats de l'analyse; sa nature et les quantités utilisées seront mentionnées sur l'étiquette et dans tout procès-verbal. Les échantillons de produits pâteux, solides (fromage excepté) ou séchés destinés à l'analyse chimique ne seront pas additionnés d'agents de conservation. Les échantillons devront être rapidement refroidis et conservés en chambre froide à une température située entre 0°C et + 5°C.

2.2.4.2 Les échantillons destinés à une analyse bactériologique ou à l'examen organoleptique ne seront pas additionnés de produits conservateurs. En revanche, ils seront conservés à basse température (0°C à + 5°C), sauf dans le cas des produits en conserve, prélevés sous forme de récipients non ouverts, hermétiquement fermés, dans lesquels le produit est mis en vente. Les produits liquides et pâteux seront conservés au frais et l'analyse bactériologique des produits liquides se fera le plus rapidement possible, et en tout cas, moins de 24 heures après le prélèvement.

2.2.5 Transport des échantillons

Les échantillons doivent être acheminés vers le laboratoire aussitôt que possible après le prélèvement. Des précautions seront prises pour qu'ils ne soient pas soumis, pendant le transport, à la lumière solaire directe, à des températures inférieures à 0°C, ni à des températures élevées, qui ne doivent pas dépasser 10°C dans le cas des produits périssables. Dans le cas des produits destinés à l'analyse bactériologique, ce transport doit être effectué dans des caisses isothermes, susceptibles d'assurer le maintien d'une basse température (0°C à + 5°C), sauf dans le cas d'échantillons de produits de conserve, prélevés sous forme de récipients non ouverts, ou dans le cas d'un transport de très courte durée.