

# commission du codex alimentarius



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

ORGANISATION  
MONDIALE  
DE LA SANTÉ



BUREAU CONJOINT: Viale delle Terme di Caracalla 00100 ROME Tél: +39 06 57051 www.codexalimentarius.net Email: codex@fao.org Facsimile: 39 06 5705 4593

Point 8 (a) de l'ordre du jour

CX/MMP 04/6/12-Add. 1  
Février 2004

## PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES COMITÉ DU CODEX SUR LE LAIT ET LES PRODUITS LAITIERS

Sixième session

Auckland, Nouvelle-Zélande, 19 – 23 avril 2003

### METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE DU LAIT ET DES PRODUITS LAITIERS

#### Observations soumises en réponse à la lettre circulaire CL 2002/11-MMP, partie C

Les observations suivantes ont été reçues du groupe de travail international FIL/ISO/AOAC sur les méthodes d'échantillonnage et d'analyse.

#### 1 INTRODUCTION

Le présent document émet des recommandations concernant les méthodes d'analyse et d'échantillonnage requises dans le cadre des normes Codex et des projets et avant-projets de normes Codex sur les produits laitiers examinés à la 6<sup>e</sup> Session du CCMMP. Il fournit par ailleurs des réponses aux questions soulevées par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS).

#### 2 MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE APPLICABLES AUX PROJETS ET AVANT-PROJETS DE NORMES

La liste des méthodes figurant à l'Annexe I est soumise à l'examen du Comité. Elle comprend les méthodes recommandées par le groupe de travail international tripartite FIL/ISO/AOAC dans le cadre des projets et avant-projets de normes en cours d'élaboration.

#### Recommandation :

Le CCMMP est invité à :

- (a) renvoyer au CCMAS les méthodes se rapportant aux normes dont l'adoption à l'étape 8 a été recommandée et qui n'ont pas encore approuvées, pour adoption et inclusion dans le Volume 13 ;
- (b) mettre en attente les autres méthodes pour référence ultérieure ;
- (c) noter l'absence de méthode concernant le rapport protéine de lactosérum/caséine dans le fromage de lactosérum.

#### 3 QUESTIONS SOUMISES AU CCMMP PAR LE CCMAS (ALINORM 03/23, Annexe VI, Partie C)

À sa 5<sup>e</sup> Session, le CCMMP a pris note d'une série de questions concernant les méthodes d'analyse liées au lait et aux produits laitiers découlant de la 23<sup>e</sup> Session du Comité Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) (ALINORM 01/23, Annexe IV). Faute de temps, les demandes du CCMAS n'ont toutefois pu être examinées.

À sa 24<sup>e</sup> Session, le CCMAS a noté qu'il n'avait pas reçu de réponse du CCMMP et n'a pas adopté les méthodes concernées, en attendant les clarifications du Comité. Ces questions figurent à la Partie C de l'Annexe VI du document ALINORM 03/23 et sont reproduites ci-dessous avec les réponses du groupe de travail international FIL/ISO/AOAC. Les conclusions sont incluses à l'Annexe 1 du présent rapport.

### **Recommandation :**

Le CCMMP est invité à soumettre les réponses ci-dessous au CCMAS.

### **LAITS FERMENTÉS**

#### **Acide lactique - Normes concernées : FIL 150:1991 et ISO 11869:1997**

Le CCMAS demande au CCMMP d'indiquer si la méthode FIL détermine l'acidité totale ou l'acide lactique comme dans la disposition.

Réponse du groupe de travail international FIL/ISO/AOAC :

Ces méthodes ne mesurent pas l'acide lactique mais l'acidité titrable qui est exprimée en acide lactique.

#### **Acide lactique - Normes concernées : AOAC 937.05 et AOAC 947.05**

Le CCMAS demande au CCMMP de préciser le type de méthode requis puisqu'il ne peut pas y avoir deux méthodes de type II.

Réponse du groupe de travail international FIL/ISO/AOAC :

Comme la norme FIL 150, la norme AOAC 947.05 est une méthode de type I. Elle détermine l'acidité titrable qui est exprimée en acide lactique. La norme AOAC 937.05 définit une méthode plus ancienne, utilisant la spectrophotométrie et devrait être une méthode de type III.

#### **Microorganismes constituant le levain - Normes concernées : FIL 149A:1997**

Le CCMAS demande au CCMMP d'indiquer si une étude en collaboration a été effectuée et selon quel type de méthode.

Réponse du groupe de travail international FIL/ISO/AOAC :

Il s'agit d'une méthode de type I. Aucune étude en collaboration n'a été effectuée, ce qui explique l'absence de résultats. L'Annexe de la norme a été préparée en se fondant sur des méthodes d'analyse publiées dans des ouvrages de référence scientifiques. Un questionnaire a par ailleurs été diffusé aux membres de l'équipe internationale FIL/ISO/AOAC et leurs observations ont été prises en compte lors de l'élaboration de la norme (Questionnaire 1496/D du 28 mai 1996).

### **Yaourt**

**Streptococcus thermophilus et Lactobacillus delbrueckii subsp. Bulgaricus**  $\geq 10^7$  cfu/g - Normes concernées FIL 117B: 1997 et ISO 7889.

Le CCMAS demande au CCMMP d'indiquer si une étude en collaboration a été effectuée et selon quel type de méthode.

Réponse du groupe de travail international FIL/ISO/AOAC :

Il s'agit d'une méthode de type I. Une étude inter-laboratoires détaillée a été effectuée en 1978 pour déterminer la validité des milieux de culture suivants : lait écrémé, milieux MRS et M17 acidifiés à pH 5,4, milieu Lee, milieu LAB, milieu différentiel Lactobacillus Streptococcus (pour plus de détails sur ces méthodes, se reporter à la norme FIL 117A:1988).

L'étude inter-laboratoires portait sur 30 échantillons de yaourt achetés dans les pays suivants :

Italie, Royaume-Uni, Suisse, Australie, Allemagne, Japon, Belgique.

Cette étude n'a pas été publiée dans une revue scientifique.

Seuls des rapports réguliers ont été préparés par le professeur Accolas qui était à l'époque président du groupe FIL/ISO/AOAC E44 et coordinateur de l'étude inter-laboratoires. Il n'est malheureusement plus possible de publier les résultats du test de l'anneau car le professeur Accolas est décédé depuis de nombreuses années et les données ne sont plus disponibles.

*Remarque : Une norme conjointe ISO 7889 / FIL 117:2003 a été publiée. Il est recommandé que cette nouvelle norme soit incluse dans la disposition.*

*Streptococcus thermophilus et Lactobacillus delbrueckii subsp. Bulgaricus  $\geq 10^7$  cfu/g - Normes concernées FIL 146: 1991 et ISO 9232.*

Le CCMAS demande au CCMMP d'indiquer si une étude en collaboration a été effectuée et selon quel type de méthode.

Réponse du groupe de travail international FIL/ISO/AOAC :

Il s'agit d'une méthode de type I. Deux études inter-laboratoires ont été entreprises en 1982 (test pilote) et 1984 (test de l'anneau). Ces deux tests portaient sur des souches pures de *S. thermophilus* et *L. delbrueckii* fournies par chaque membre. Huit laboratoires de pays membres de la FIL (Tchécoslovaquie, Danemark, France, Italie, Espagne, Suisse, R.-U. et Israël) ont participé à la dernière étude. Les méthodes appliquées à la classification des différentes souches sont décrites dans la norme. Les résultats du test de l'anneau n'ont jamais été publiés mais la norme a été élaborée en se fondant sur ces données. Un résumé des résultats est donné dans les minutes de la réunion du groupe qui s'est tenue à Milan le 11 mars 1985.

*Remarque : La norme conjointe ISO 9232 / FIL 146:2003 a été publiée. Il est recommandé que cette norme soit incluse dans la disposition.*

## **FROMAGES INDIVIDUELS**

**Matière sèche (extrait sec total) - Normes concernées : FIL 4A: 1982, ISO 5534: 1985 et AOAC 926.08**

Le CCMAS demande au CCMMP d'expliquer la différence de résultats par rapport à la méthode précédente.

Réponse du groupe de travail international FIL/ISO/AOAC :

Cette question prête à confusion. D'une part, l'édition de 1994 du Vol. 13 indique que les normes FIL 4A et ISO 5534 ont été approuvées comme méthodes applicables à l'extrait sec total du fromage et le statut actuel devrait donc être vérifié. D'autre part, nous ne sommes pas sûrs de ce que le CCMAS entend par « méthode précédente ». Nous supposons que la question fait référence à une comparaison entre les méthodes FIL/ISO et la méthode AOAC. Le groupe tripartite n'a pas connaissance de données comparatives disponibles sur ces méthodes. Toutefois, d'un point de vue technique, nous aimerions préciser que les deux méthodes précédentes et les méthodes recommandées évaporent la fraction volatile du produit qui est ensuite exprimée en humidité. La méthode de l'étuve à 102 °C risque de produire des résultats légèrement trop élevés, car cette température pourrait provoquer un brunissage de l'échantillon, indiquant une réaction entre le lactose et les protéines, laquelle peut entraîner une perte d'eau liée au lactose. Il nous semble toutefois peu probable que cela pose problème car le fromage contient très peu de lactose. Précisons à ce sujet que la méthode à 102 °C est utilisée avec un large éventail de produits laitiers, dont le lait entier en poudre et le lait écrémé en poudre dont les teneurs de lactose sont typiquement de 35 % et 50 % respectivement. La méthode précédente (étuve à vide) pourrait produire des résultats trop faibles car toutes les étuves à vide ne permettent pas de circulation d'air frais, ce qui signifie qu'il y a un risque de saturation de l'étuve. La méthode recommandée est donc la méthode privilégiée.

## ANNEXE 1 MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES PRODUITS LAITIERS

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	REMARQUE	TYPE	STATUT
<b>Fromage (A-6)</b> (norme Codex adoptée)	Protéine	ISO 8968-1/FIL 20-1:2001 AOAC 930.29	Titrimétrie (Kjeldahl)	La méthode est applicable à tous les types de produits laitiers mais validée seulement pour le lait. La norme ISO 8968-3   FIL 20-3:2004 sera également applicable une fois publiée.	I	
<b>LAITS FERMENTÉS</b> (norme Codex adoptée)	Acide lactique (lait fermenté) < = 0.5% (m/m) (Yaourt, yaourt à base d'autres ferments, lait acidophile) > = 0.6% (m/m) (kumys) > = 0.7% (m/m)	FIL 150:1991 ISO 11869:1997; AOAC 947.05	Potentiométrie, titrage à pH 8,30 ; Titration à la phénolphthaléine	Réponse au CCMAS : la méthode mesure l'acidité titrable. Les résultats sont exprimés en acide lactique  Les normes FIL 150 et ISO 11869 sont en cours de révision et seront publiées conjointement. Leur champ d'application sera élargi pour inclure le lait et les laits fermentés.	I	NA  23 CCMAS 24 CCMAS
	Exigences pour l'acide lactique comme ci-dessus	AOAC 937.05	Spectrophotométrie (pour l'acide lactique dans le lait et les produits laitiers)	Réponse au CCMAS : Elle devrait être une méthode de type III.	III	AT  23 CCMAS
<b>Fromages individuels</b> (à l'étape 3)	Matière grasse laitière dans l'extrait sec	Norme FIL 5B:1986 ISO 1735:1987 AOAC 933.05	Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)		I	A 23 CCMAS et 22 CCMAS
<b>Fromages individuels</b> (à l'étape 3) Cheddar (C-1)	Matière sèche (extrait sec total) > = 49% (m/m)	FIL 4A:1982 ISO 5534:1985 ; AOAC 926.08	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C ; Étuve à vide à 100 °C	Réponse au CCMAS : les méthodes de la FIL et de l'ISO sont les méthodes privilégiées. Ces méthodes sont en cours de révision.	I	A  23 CCMAS NA à 22 CCMAS
Danbo (C-3)	> = 41% (m/m)	Idem				

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	REMARQUE	TYPE	STATUT
Édam (C-4)	> = 47% (m/m)	Idem				
Gouda (C-5)	> = 48% (m/m)	Idem				
Havarti (C-6)	> = 46% (m/m)	Idem				
Samsøe (C-7)	> = 46% (m/m)	Idem				
Emmental (C-9)	> = 60% (m/m)	Idem				
Tilsiter (C-11)	> = 49% (m/m)	Idem				
St Paulin (C-13)	> = 44% (m/m)	Idem				
Provolone (C-15)	> = 51% (m/m)	Idem				
Cottage cheese (C-16)	Matière sèche dégraissée >= 18% (m/m)	Matière sèche (FIL 4A:1982; ISO 5534:1985 ; AOAC 926.08)  FIL 126A:1988; ISO 8262-3:1987)	Calcul : détermination de la teneur en matière grasse et en eau, calcul du produit dégraissé.		I	A 24 CCMAS
Coulommiers (C-18)	Matière sèche (extrait sec total) > = 42% (m/m)	FIL 4A:1982 ISO 5534:1985 ; AOAC 926.08				
Fromage à la crème (C- 31)	> = 22%	Idem				
Camembert (C-33)	> = 38% (m/m)	Idem				
Brie (C-34)	> = 42% (m/m)	Idem				
Mozzarella						
- haute teneur en humidité	> = 24% (m/m)	Idem				
- faible teneur en humidité	> = 34% (m/m)	Idem				

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	REMARQUE	TYPE	STATUT
<b>Fromage à la crème</b> (à l'étape 3)	Humidité du produit dégraissé > = 67% (m/m)	FIL 4A:1982 ISO 5534:1985 AOAC 926.08  FIL 5B:1986 ISO 1735:1987 AOAC- 933.05	Calcul : détermination de la teneur en matière grasse et en eau, calcul du produit dégraissé.	Ces méthodes sont en cours de révision	I	
<b>Emmental</b> (à l'étape 3)	Acide propionique ≥ 150 mg/100 g					
	Calcium ≥ 800 mg/100 g					
<b>[lait concentré sucré avec graisse végétale/mélange de lait concentré sucré avec graisse végétale]</b> (à l'étape 3)	Matière grasse totale > = [7-8]% (m/m)	ISO 1737:1999 AOAC 920.115F	Gravimétrie (Röse Gottlieb)		I	22 CCMAS
	Échantillonnage	FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 970.27	Directives générales pour obtenir un échantillon provenant de lots en vrac	Les normes FIL 50C et ISO 707 sont en cours de révision et deviendront les normes conjointes ISO 707   FIL 50		
	Extrait sec dégraissé du lait (y compris l'eau de cristallisation du lactose) > = 20% (m/m)	FIL 15B:1991 ISO 6734:1989  ISO 1737:1999	Calcul : détermination de la teneur en matière grasse et en eau, calcul de la teneur en extrait sec dégraissé		I	A 23 CCMAS pour le lait concentré sucré

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	REMARQUE	TYPE	STATUT
	Protéine laitière dans la matière sèche non grasse du lait > = 34% (m/m)	AOAC 920.115G ISO 8968-1/FIL 20-1 :2001	Titrimétrie (Kjeldahl)	La norme ISO 8968-3   FIL 20-3:2004 sera également applicable une fois publiée	I	A 23 CCMAS pour le lait concentré sucré (édition antérieure de la méthode)
<b>[Lait concentré écrémé avec graisse végétale/mélange de lait concentré écrémé avec graisse végétale]</b> (à l'étape 3)	Matière grasse totale > = [6-8]% (m/m)	ISO 1737:1999	Gravimétrie (Röse Gottlieb)		I	A 22 CCMAS (édition antérieure de la méthode)
	Extrait sec dégraissé du lait (y compris l'eau de cristallisation du lactose) > = [17.5-20]% (m/m)	FIL 21B:1987 ISO 6731:1989  ISO 2450:1999	Calcul, détermination de la teneur en matière grasse et en eau, calcul de la teneur en extrait sec dégraissé		I	A 22 CCMAS (pour le lait concentré A)
	Protéine laitière dans la matière sèche non grasse du lait + 34% (m/m)	AOAC 945.48H ISO 8968-1/FIL 20-1:2001	Titrimétrie (Kjeldahl)	La méthode est applicable à tous les types de produits laitiers mais validée seulement pour le lait. La norme ISO 8968-3   FIL 20-3:2004 sera également applicable une fois publiée	I	A 23 CCMAS (édition antérieure de la méthode)
	Échantillonnage	FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 970.27	Directives générales pour obtenir un échantillon provenant de lots en vrac	Les normes FIL 50C et ISO 707 sont en cours de révision et deviendront les normes conjointes ISO 707   FIL 50		
<b>[Lait écrémé en poudre avec graisse végétale/mélange de lait écrémé en poudre]</b>	Matière grasse totale > = 26% (m/m)	FIL 9C (révisée en ISO 1736) ISO 1736:2000 AOAC 932.06	Gravimétrie (Röse Gottlieb)		I	

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	REMARQUE	TYPE	STATUT
<b>avec graisse végétale] (pour les produits laitiers écrémés et partiellement écrémés) (à l'étape 3)</b>						
	Eau < = 5% (m/m)	ISO 5537/ FIL 26A:1993	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C	La méthode est pour l'extrait sec total du lait	I	
	Protéine laitière dans la matière sèche non grasse du lait	ISO 8968-1/FIL 20- 1:2001 AOAC 930.29	Titrimétrie (Kjeldahl)	La méthode est applicable à tous les types de produits laitiers mais validée seulement pour le lait. La norme ISO 8968-3   FIL 20- 3:204 sera également applicable une fois publiée	I	
	Échantillonnage	FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 970.28		Les normes FIL 50C et ISO 707 sont en cours de révision et deviendront les normes conjointes ISO 707   FIL 50		
<b>Pâtes à tartiner à base de produits laitiers (à l'étape 3)</b>	Matière grasse laitière < 80% (m/m) > 10% (m/m) Matière grasse laitière (beurre trois-quarts gras) < = 61% (m/m) > = 59% (m/m) (beurre demi-gras) < = 41% (m/m) > = 39% (m/m)	ISO 17189   FIL 194:2003	Détermination directe de la teneur en matière grasse par extraction par solvant		I	
	[Sel]					
	[Matière sèche]					
<b>Fromages fondus (à l'étape 3)</b>	Matière grasse laitière	FIL 5B:1986 ISO 1735:1987 AOAC 933.05	Gravimétrie (Schmid- Bondzynski-Ratzlaff)		I	A

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	REMARQUE	TYPE	STATUT
	Protéine	FIL 25:1964	Titrimétrie (Kjeldahl)	La méthode est applicable aux fromages fondus	I	
	Matière sèche	FIL 4A:1982 ISO 5534:1985 ; AOAC 926.08	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C ; Étuve à vide à 100 °C	Ces méthodes sont en cours de révision	I	A 22 CCMAS
<b>Fromage de lactosérum</b> (à l'étape 3)	Matière grasse totale	FIL 59A:1986	Gravimétrie (Röse Gottlieb)		I	A 22 CCMAS
	Matière sèche (extrait sec total)	FIL 58:1970 ISO 2920:1974	Gravimétrie, dessiccation à 88 °C		I	A 23 CCMAS
	Rapport protéine de lactosérum/caséine			Aucune méthode existante		