F

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 5 de l'ordre du jour **CX/PFV 02/10**
Août 2002

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMITÉ DU CODEX SUR LES FRUITS ET LÉGUMES TRAITÉS
Vingt et unième session
San Antonio, Texas, U.S., 23 au 27 septembre 2002

METHODES D'ANALYSE DES FRUITS ET LÉGUMES TRAITÉS

HISTORIQUE

COMITE DU CODEX SUR LES FRUITS ET LEGUMES TRAITES

1. À sa 19e session, le Comité du Codex sur les fruits et légumes traités a examiné les méthodes d'analyse requises pour déterminer la conformité des produits aux normes établies par le Codex pour les fruits et légumes traités. Toutefois, compte tenu des contraintes de temps, le Comité n'a pu évaluer complètement les méthodes proposées. En conséquence, le Comité a accepté que la liste révisée soit distribuée, conjointement avec les renseignements supplémentaires fournis, afin que les gouvernements et les organisations internationales concernées admises au « statut d'observateurs » du Codex, puissent émettre leurs observations. Il a aussi été convenu que la liste révisée et les observations soumises seraient examinées par le Comité au cours de sa 20e session avant que celles-ci ne soient soumises à l'approbation du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS).[1]

2. La 20e session du Comité est convenue de soumettre les méthodes d'analyse à la 23e session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) pour approbation, ainsi que les observations écrites parvenues au CCPFV à la présente session.[2]

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

3. À ses 22e et 23e sessions, le CCMAS a approuvé plusieurs méthodes d'analyse pour les produits aqueux à base de noix de coco, les kimchis, et les achards et a demandé au Comité de préciser certaines des méthodes proposées et provisoirement approuvées (PA) ou non approuvées (NA). La 23e session du CCMAS n'a cependant pas statuer sur les méthodes soumises à l'approbation du CCPFV pour les autres fruits et légumes traités qui avaient été renvoyées au Comité pour être examinée plus avant. Le CCMAS a demandé à nouveau que l'établissement d'une limite maximale pour l'étain soit considéré lors de la finalisation de l'Avant-projet de norme pour les marinades.[3]

---

[1] ALINORM 99/27 para.70
[2] ALINORM, 01/27, para. 41
[3] ALINORM 99/23, para.55, Annexe III Partie 1/B et ALINORM 01/23, par. 98, Annexe IV, Partie 1/E

4. Le CCMAS a également fait remarquer, à sa 23e session, qu'approuver une méthode avant l'élaboration de dispositions appropriées du Codex serait non conforme à la procédure établie. Dans ces circonstances, les méthodes d'analyse associées à des produits non examinés par le CCPFV ont, le cas échéant, été supprimées de la liste précédente établie lors de la 20e session du CCPFV. Ces méthodes seront soumises au Comité au fur et à mesure que seront entrepris de nouveaux travaux pour les produits auxquels ces méthodes s'appliquent, au cours des prochaines sessions du CCPFV.

5. En outre, à sa 20e session, le CCMAS a recommandé aux comités de produits d'envisager le remplacement, s'il y a lieu, des Méthodes d'analyse et d'échantillonnage du Codex (CAC/RM) par des méthodes plus modernes et de substituer dans la mesure du possible les codes de référence originaux aux numéros CAC/RM.[4] À sa 21e session, le CCMAS a recommandé à nouveau que tout code de référence original d'une méthode CAC/RM qui est disponible soit substitué au numéro CAC/RM et, qu'en cas contraire, le texte intégral de la méthode soit intégré au *Volume 13* du Codex Alimentarius et que le numéro CAC/RM soit supprimé.[5] À sa 22e session, la Commission du Codex Alimentarius a approuvé l'abolition du système de numérotation CAC/RM, tel que recommandé par le CCMAS. [6]

6. Lorsqu'ils examineront les méthodes d'analyse proposées aux annexes II et aux parties 1 et 2 de l'annexe III, les gouvernements et organisations internationales intéressées devraient tenir dûment compte des *Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse* énoncés dans les *Principes pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex.*[7] A toutes fins utiles, cette section est reproduite à l'annexe I. Les gouvernements et organisations internationales intéressées sont aussi invités à tenir compte des dispositions du Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius notamment les *Relations entre les comités s'occupant de produits et les comités s'occupant de questions générales (Méthodes d'analyse et d'échantillonnage.*[8]

7. Une méthode d'analyse (ou plusieurs méthodes) doit être recommandée pour toute norme requérant une description ou un étiquetage spécifique. En l'absence de description ou de libellé spécifique, il n'y a pas lieu de sélectionner une méthode d'analyse.

8. La liste des méthodes d'analyse et d'échantillonnage recommandées pour intégration aux fruits et légumes traités est jointe au présent document. Ces méthodes se répartissent comme suit :

(a) **Annexe II** – Méthodes d'analyse des fruits et légumes traités proposées lors de la 19e session du CCPFV par le Groupe de travail sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage ;

(b) **Annexe III**
Partie 1 : Méthodes d'analyse et d'échantillonnage des fruits et légumes traités approuvées par le CCMAS.
Partie 2 : Numéros CAC/RM et leurs renvois compatibles.
Partie 3 : Notes explicatives relatives aux décisions du CCMAS et aux recommandations du Groupe de travail sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage formulées lors de la 19e session du CCPFV ;

(c) **Annexe IV** – Méthodes d'analyse recommandées précédemment sous forme de CAC/RM ou stipulées dans les normes individuelles de fruits et légumes traités.

INITIATIVES DEVANT ETRE MISES EN ŒUVRE PAR LE CCPFV

9. Le Comité est invité à revoir les méthodes d'analyse contenues dans l'Annexe II et dans les Parties 1 et 2 de l'Annexe III et à :

[4] ALINORM 97/23, para. 52.
[5] ALINORM 97/23A, para. 44.
[6] ALINORM 97/37, para.145.
[7] Manuel de procédures de la Commission du Codex Alimentarius, 12e édition, pages 64-74.
[8] Manuel de procédures de la Commission du Codex Alimentarius, 12e édition, pages 86-88

(a) proposer des méthodes d'analyse pour les combinaisons de normes/dispositions (spécification et/ou critère d'étiquetage) auxquelles des méthodes doivent s'appliquer. Le Comité devra donc indiquer clairement si la révision relève de la mise à jour de la référence ou du remplacement de la méthode en vigueur par une nouvelle méthode ;

(b) à préciser la nature des méthodes d'analyse approuvées sur une base provisoire ou rejetées par le CCMAS ;

(c) identifier les CAC/RM qui doivent être supprimés ou remplacés par la référence originale et en aviser le CCMAS comme il convient.

Les méthodes dont l'intégration aux normes révisées sera approuvée devront être soumises à l'approbation du CCMAS et elles remplaceront les méthodes en vigueur pour les produits auxquels elles s'appliquent.

ANNEXE I

PRINCIPES POUR L'ÉLABORATION DES MÉTHODES D'ANALYSE DU CODEX

CRITERES GENERAUX REGISSANT LE CHOIX DES METHODES D'ANALYSE
(Extraits de la 12e édition du Manuel de procédure du Codex)

(a) Il convient d'accorder la préférence aux méthodes officielles d'analyse élaborées par des organisations internationales s'occupant elles-mêmes d'une denrée alimentaire ou d'un groupe de denrées alimentaires.

(b) La préférence devra être donnée aux méthodes d'analyse dont la fiabilité a été établie compte tenu des critères suivants, choisis selon le cas :

i) spécificité
ii) exactitude
iii) précision ; répétabilité intralaboratoire des résultats (dans un laboratoire), reproductibilité interlaboratoires des résultats (dans un laboratoire et dans des laboratoires)
iv) limite de détection
v) sensibilité
vi) utilité pratique et applicabilité dans des conditions normales de laboratoire
vii) autres critères pouvant être choisis en fonction des besoins

(c) Une méthode sera choisie en fonction de son utilité pratique, la préférence devrait être accordée aux méthodes applicables en fin de routine.

(d) Toutes les méthodes d'analyse proposées devront être directement appropriées à la norme Codex à laquelle elles sont destinées.

(e) Les méthodes d'analyse applicables uniformément à divers groupes de produits devraient être préférées aux méthodes qui ne sont applicables qu'à des produits individuels.

CRITERES GENERAUX REGISSANT LE CHOIX DES METHODES D'ANALYSE A L'AIDE DE LA DEMARCHE-CRITERES

Dans le cas de méthodes Codex de Type III, des critères méthodologiques pourront être identifiés et des valeurs quantifiées pour incorporation dans la norme de produit Codex appropriée. Les critères méthodologiques élaborés comprendront les critères indiqués dans la section Méthodes d'analyse paragraphe (c) ci-dessus ainsi que tout autre critère pertinent, par exemple les facteurs de récupération.

ANNEXE II
Méthodes d'analyse proposées par le Groupe de travail sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage
(19e session du CCPFV, Washington, D.C », USA, du 16 au 20 mars 1998)

NORME DE PRODUIT	DISPOSITION	NIVEAU	MÉTHODES	PRINCIPE	STATUT	TYPE
Légumes traités	Beurre ou margarine		AOAC 970.51	Chromatographie en phase gazeuse		
Fruits et légumes traités	Calcium		AOAC 968.31[1,2]	Titrimétrie complexométrique		
			Méthode ISO[1]			
Fruits et légumes traités (à l'exception des tomates et des champignons en conserve)	Poids égoutté		AOAC 968.30[2]	Tamisage		I
Fruits et légumes traités (à l'exception des cornichons)	Remplissage des récipients (récipients de verre)		CAC/RM 46-1972[3]	Pesée	E[4]	I
Fruits et légumes traités (à l'exception des cornichons)	Remplissage des récipients (récipients métalliques)		ISO 90.1:1986[3]	Pesée		I
Fruits et légumes traités	Milieu de couverture	≥ 10° Brix Baies en conserve (framboises, fraises)	AOAC 932.12	Réfractométrie		
			ISO 2173:1978		E[4]	I
Fruits et légumes traités	pH		AOAC 981.12	Potentiométrie		
			ISO 11289:1993			

[1] Voir la note 16.
[2] Voir la note 11.
[3] Voir la note 15 et l'Annexe III pour une description de la méthode.
[4] 14e CCMAS (Budapest, Hongrie, 26 au 30 novembre 1984, ALINORM 85/23, Annexe II, Tableaux II et IV).

NORME DE PRODUIT	DISPOSITION	NIVEAU	MÉTHODES	PRINCIPE	STATUT	TYPE
Fruits et légumes traités	Chlorure de sodium		AOAC 971.27 (méthode générale du Codex)	Potentiométrie	E[5]	II
			ISO 3634:1979			
Fruits et légumes traités	Solides solubles		AOAC 932.14C	Réfractométrie		I
			ISO 2173:1978		E[4]	I
Fruits et légumes traités	Sulfate		AOAC 990.26			
			ISO 522:1981			
Fruits et légumes traités	Solides totaux	≥ 9 % (9° Brix) (purée de pomme en conserve)	AOAC 932.12	Réfractométrie		
			ISO 2173:1978		E[4]	I
Fruits et légumes traités	Solides totaux		AOAC 920.151	Gravimétrie		
Baies en conserve (fraises)	Impuretés minérales	≤300mg/kg	AOAC 971.33[2]	Détermination des cendres		I
Tomates en conserve	Poids égoutté		CAC/RM 37-1970[6]	Tamisage	E[3]	I
Tomates en conserve	Détermination des moisissures	Non constatées	AOAC 965.41	Détermination des moisissures (Méthode de Howard)		I
Légumes en conserve (haricots verts et haricots beurre en conserve)	Fils durs	*Pas de spécifications* (seulement une définition)	CAC/RM 39-1970[7]	Traction	E[8]	I
Légumes en conserve (petits pois verts)	Matière sèche insoluble dans l'alcool	≤21 %	AOAC 938.10[2]	Tamisage		I

[5] Voir le Volume 13 du Codex Alimentarius
[6] Voir la note 12 et l'Annexe III pour une description de la méthode.
[7] Voir la note 13 et l'Annexe III pour une description de la méthode.
[8] 15e session du CCMAS (10 au 15 novembre 1986, ALINORM 87/23, Annexe III, Tableau III).

NORME DE PRODUIT	DISPOSITION	NIVEAU	MÉTHODES	PRINCIPE	STATUT	TYPE
Légumes en conserve (petits pois verts)	Variété des pois		CAC/RCM 48-1972[9]	Inspection visuelle	E[8]	I
Légumes en conserve (pois mûrs traités)	Solides totaux	≥19.5% du poids de l'eau distillée à 20°C que le récipient contiendra une fois rempli	AOAC 964.22	Four à vide		I
Légumes en conserve (choux palmistes)	Impuretés minérales	≤0.1 % m/m	ISO 762:1982 (confirmée 1992)	Gravimétrie	E[8]	I
Confitures d'agrumes, gelées et marmelades en conserve	Impuretés minérales	≤0.04 % (m/m)	AOAC 971.33[2]	Détermination des cendres		I
Cornichons (concombres) en conserve	Acidité totale	0.4-3.5 % d'acide acétique	AOAC 942.15	Titrimétrie		I
Cornichons (concombres) en conserve	Impuretés minérales	≤0.08 % m/m	AOAC 971.33[2]	Sédimentation et filtration		I
Cornichons (concombres) en conserve	Matière sèche soluble sans sodium (dans le milieu de couverture)	1.5 %-14 % (aigre-doux) ; ≥14 % (sucrés)				
Cornichons (concombres) en conserve	Remplissage minimal (volume) par déplacement	≥53 %	Méthodes I, II et III[10]	Déplacement	E4	I
Concentrés de tomates traités	Impuretés minérales	≤60 mg/kg basé sur un produit dilué de 8 % de matière sèche	AOAC 971.33[2]	Détermination des cendres	E[11]	IV

[9] Voir l'Annexe II pour une description de la méthode.
[10] Voir l'Annexe III pour une description de la méthode.

NORME DE PRODUIT	DISPOSITION	NIVEAU	MÉTHODES	PRINCIPE	STATUT	TYPE
Concentrés de tomates traités	Matière sèche soluble naturelle de tomate	≥ 8 %	AOAC 970.59	Réfractométrie		I

[11] 18e session du CCMAS (Budapest, Hongrie, 9 au 13 novembre 1992, ALINOPRM 93/23, Annexe V).

ANNEXE III
PARTIE I
MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE DE CERTAINS FRUTS ET LÉGUMES TRAITÉS
(telles qu'approuvées par le CCMAS)

NOM DE PRODUIT	DISPOSITION	NIVEAU	MÉTHODES	PRINCIPE	STATUT	TYPE
Produits aqueux de noix de coco	Eau, teneur en[1]	≤95 % m/m	Soustraire les solides totaux de 100			
Produits aqueux de noix de coco	Matière sèche non grasse[1]	Niveaux variés	Soustraire la matière grasse totale des solides totaux			
Produits aqueux de noix de coco	Échantillonnage		CODEX STAN-233-1969[2]		E[3]	
Produits aqueux de noix de coco	Matière grasse totale	Niveaux variés	AOAC 945.48G	Gravimétrie Méthode Röse-Gottlieb	NE[4]	I
Produits aqueux de noix de coco	Solides totaux	Niveaux variés	AOAC 925.23A (Méthode FIL-ISO-AOAC)	Gravimétrie	NE[5]	I
Pousse de bambou en conserve	Poids égoutté et poids net	Poids égoutté/poids net ≥60 %	AOAC 968.30	Gravimétrie	E[6]	I
Pousse de bambou en conserve	Couleur, saveur et texture		Telle que décrite dans l'Annexe B de l'Annexe II d'ALINORM 97/15	Mesure organoleptique	NE[7]	

[1] 12e CCASIA (Chiang Mai, Thaïlande, 23 au 26 novembre 1999, ALINORM 01/15, Annexe II).
[2] Voir la note 1.
[3] 8e CAC (Genève, Suisse, 30 juin au 9 juillet 1971, ALINORM 71/31, para. 87-90). Voir aussi le Volume 13 du Codex Alimentarius.
[4] Voir la note 2.
[5] Voir la note 3.
[6] Voir la note 4.
[7] Voir la note 5.

NOM DE PRODUIT	DISPOSITION	NIVEAU	MÉTHODES	PRINCIPE	STATUT	TYPE
Pousse de bambou en conserve	pH	≥4.0 ; 4.0-4.6 (si un acide est ajouté)	AOAC 981.12 Suivre les instructions relatives aux éléments liquides et solides du mélange (G(a)(1))	Potentiométrie	E[8]	I
Pousse de bambou en conserve	Échantillonnage		CODEX STAN 233-1969[2]		E[3]	
Kimchi	Poids égoutté	≥ 80 %	AOAC 968.30	Gravimétrie	E[9]	I
Kimchi	Impuretés minérales	≤0.03 % m/m	AOAC 971.33	Détermination des cendres	E[9]	I

[8] 10e CCASIA (Tokyo, Japon, 5 au 8 mars 1996, ALINORM 97/15, Annexe II) et 21e CCMAS (Budapest, Hongrie, 10 au 14 mars 1997, ALINORM 97/23A, Annexe V, Partie 2/D).
[9] 22e CCMAS (Budapest, Hongrie, 23 au 27 novembre 1998, ALINORM 99/23, Annexe III, Partie 1/B).

NOM DE PRODUIT	DISPOSITION	NIVEAU	MÉTHODES	PRINCIPE	STATUT	TYPE
Kimchi	Sel (chlorure de sodium)	1.0-4.0 % m/m	AOAC 971.21 (Méthode générale du Codex)	Potentiométrie (détermination du chlorure, exprimé sous forme de chlorure de sodium)	E[9]	II

NOM DE PRODUIT	DISPOSITION	NIVEAU	MÉTHODES	PRINCIPE	STATUT	TYPE
Kimchi	Échantillonnage		CODEX STAN 233-1969[2] Les principes suivants s'appliquent également :[10] (a) Les échantillons seront prélevés et stockés dans un lieu réfrigéré protégé – entre 0°C et 4°C, de manière à empêcher la dégradation de l'échantillon. (b) Des mesures seront prises pour protéger de toute contamination l'échantillon, la matière échantillonnée, les outils d'échantillonnage et les récipients d'échantillons. (c) L'échantillon sera mis dans des récipients de verre propres, secs et hermétiquement scellés. L'échantillon sera étiqueté de manière à inclure tous les détails relatifs à l'échantillonnage tels que la date d'échantillonnage, le nom du fournisseur et autres renseignements pertinents au produit consigné.		E[3]	

[10] 11e CCASIA (Chiang Rai, Thaïlande, 16 au 19 décembre 1997, ALINORM 99/15, Annexe IV).

NOM DE PRODUIT	DISPOSITION	NIVEAU	MÉTHODES	PRINCIPE	STATUT	TYPE
Kimchi	Acidité totale	≤1.0 % m/m	AOAC 942.15	Titrimétrie	E[9]	I
Marinade	Acidité	Non précisé	AOAC 942.15	Titrimétrie	E[9]	I
Marinade	Acidité	Non précisé	ISO 750:1981	Titrimétrie	NE[11]	
Marinade	Arsenic	≤1.0 mg/kg	AOAC 952.13 (méthode générale du Codex)	Colorimétrie (diéthyldithocarbamate)	E[9]	II
Marinade	Arsenic	≤1.0 mg/kg	ISO 6634:1982	Spectrophotométrie, diéthyldithocarbamate d'argent	E[9]	III
Marinade	Acide benzoïque	≤250 mg/kg	ISO 5518:1978	Spectrophotométrie	TE[12]	IV
Marinade	Poids égoutté	Non spécifié	AOAC 968.30	Gravimétrie	E[9]	I
Marinade	Plomb	≤1.0 mg/kg	AOAC 972.25 (méthode générale du Codex)	Spectrophotométrie d'absorption atomique	E[9]	II
Marinade	Plomb	≤1.0 mg/kg	ISO 6633:1984	Spectrophotométrie d'absorption atomique sans flamme	E[9]	IV
Marinade	Sodium	Non précisé	AOAC 971.27 (méthode générale du Codex)	Potentiométrie	E[9]	II
Marinade	Sodium	Non précisé	AOAC 939.10	Volumétrie, gravimétrie, titrimétrie (3 méthodes)	E[9]	III
Marinade	Échantillonnage		CODEX STAN 233-1969[2]		E[3]	
Marinade	Sorbats	≤1000 mg/kg	ISO 5519:1978	Spectrophotométrie	TE[13]	IV

[11] Voir la note 6.
[12] Voir la note 7.

NOM DE PRODUIT	DISPOSITION	NIVEAU	MÉTHODES	PRINCIPE	STATUT	TYPE
Marinade	Anhydride sulfureux	≤30 mg/kg	ISO 5522:1981	Titrimétrie suivie de gravimétrie (niveaux élevés) ou néphélémétrie (niveaux faibles)	NE[14]	
Marinade	Anhydride sulfureux	≤30 mg/kg	ISO 5522:1981	Colorimétrie	NE[14]	
Marinade	Étain	≤250.0 mg/kg	AOAC 980.19 (méthode générale du Codex)	Spectrophotométrie d'absorption atomique	E[15]	II
Marinade	Étain	≤250.0 mg/kg	ISO 2447:1974		TE[15]	IV

[13] Voir la note 8
[14] Voir la note 9.
[15] Voir la note 10.

ANNEXE III
Partie 2
Numéros CAC/RM et références correspondantes

Référence CAC/RM [16]	Méthode	Référence actuelle
CAC/RM 36-1970 [17]	Détermination du poids égoutté – Méthode I	AOAC 968.30
CAC/RM 37-1970 [18]	Détermination du poids égoutté – Méthode II	–
CAC/RM 38-1970 [17]	Détermination de la teneur en calcium des légumes en conserve	AOAC 968.31
CAC/RM 39-1970 [19]	Évaluation des fils durs	–
CAC/RM 45-1972 [20]	Détermination du remplissage adéquat pouvant remplacer la détermination du poids égoutté	–
CAC/RM 46-1972 [21]	Détermination de la capacité en eau des récipients	–
CAC/RM 47-1972 [17]	Dosage de la matière sèche insoluble dans l'alcool	AOAC 938.10
CAC/RM 48-1972 [22]	Méthode pour distinguer la variété des pois	–
CAC/RM 49-1972 [17]	Détermination des impuretés minérales (sable)	AOAC 971.33

[16] Voir l'Annexe III pour une description de la méthode.
[17] Voir la note 11.
[18] Voir la note 12.
[19] Voir la note 13.
[20] Voir la note 14.
[21] Voir la note 15.
[22] Voir la note 16.

ANNEXE III
PARTIE 3
NOTES EXPLICATIVES RELATIVES AUX RECOMMANDATIONS SOUMISES PAR LE GROUPE DE TRAVAIL SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE (19E CCPFV) ET PAR LE CCMAS

Note 1	**Remarque du Secrétariat** : Le CCMAS travaille à l'élaboration de plans d'échantillonnage applicables à l'ensemble des normes de produits Codex. Entre-temps, le document de référence en vigueur est le document CODEX STAN 233-1969, Plans d'échantillonnage du Codex Alimentarius pour les produits préemballés (NAQ 6.5), qui s'applique aux fruits et légumes traités, sauf indication contraire.
Note 2	Le CCPFV devrait fournir des renseignements quant à la validation de la méthode citée pour cette application (CCMAS, Budapest, Hongrie, 26 février – 2 mars 2001, ALINORM 01/23, Ann. IV-Partie I/E).
Note 3	La méthode AOAC 925.23kA a été abrogée et le CCPFV devrait fournir des renseignements quant à la validation de la méthode citée pour cette application (CCMAS, Budapest, Hongrie, 26 février – 2 mars 2001, ALINORM 01/23, Ann. IV-Partie I/E).
Note 4	Le CCPFV doit être avisé que le CCMAS a approuvé la méthode AOAC qui semble identique à la méthode citée dans ALINORM 97/15, Ann. II, Ann. C (21e CCMAS, Budapest, Hongrie, 10-14 mars 1997, ALINORM 97/23A, Ann. V-Partie 2/D).
Note 5	Le CCPFV devrait être avisé que des éléments tels que la mesure organoleptique de la couleur, de la saveur et de la texture ne sont pas, en général, considérées comme des méthodes d'analyse (21e CCMAS, Budapest, Hongrie, 10-14 mars 1997, ALINORM 97/23A, Ann. V-Partie 2/D).
Note 6	Le CCMAS n'a pas approuvé la méthode ISO 750:1981 puisqu'il ne peut y avoir qu'une seule méthode de Type I pour une disposition donnée (22e CCMAS, Budapest, Hongrie, 23-27 novembre 1998, ALINORM 99/27, Ann. III-Partie 1/B).
Note 7	Il a été demandé au CCPFV d'examiner d'autres méthodes plus modernes telles que la chromatographie en phase liquide, IFU 63 (1995) ou la chromatographie en phase gazeuse, NMKL 103 (1984)/AOAC 983.16, qui a été approuvée à titre de méthode générale du Codex de Type II (22e CCMAS, Budapest, Hongrie, 23-27 novembre 1998, ALINORM 99/27, Ann. III-Partie 1/B).
Note 8	Il a été demandé au CCPFV d'examiner d'autres méthodes plus modernes telles que la chromatographie en phase liquide, IFU 63 (1995) ou la chromatographie en phase gazeuse, NMKL 103 (1984)/AOAC 983.16, qui a été approuvée à titre de méthode générale du Codex de Type II (22e CCMAS, Budapest, Hongrie, 23-27 novembre 1998, ALINORM 99/27, Ann. III-Partie 1/B).
Note 9	Il a été demandé au CCPFV d'examiner la méthode Monier-Williams optimisée (AOAC 990.28), qui a été approuvée à titre de méthode générale du Codex de Type II (22e CCMAS, Budapest, Hongrie, 23-27 novembre 1998, ALINORM 99/27, Ann. III-Partie 1/B).
Note 10	Le CCMAS a demandé au Comité de déterminer s'il convient d'exprimer la disposition en fonction de quatre valeurs significatives (22e CCMAS, Budapest, Hongrie, 23-27 novembre 1998, ALINORM 99/27, Ann. III-Partie 1/B).

Note 11	**<u>Remarque du Secrétariat</u>** : Le CCPFV propose la méthode AOAC 968.30 comme méthode générale pour la détermination du poids goutté des fruits et légumes traités (à l'exception des tomates en conserve). À la suite de la recommandation du CCMAS (voir le para. 5 du document CX/PFV 02/10), le Comité devrait aviser le CCMAS de u remplacement d'un numéro CAC/RM par la référence documentaire originale (voir le para. 9c du document CX/PFV 02/10). Cela s'applique aussi aux méthodes AOAC 968.31, AOAC 938.10 et AOAC 971.33 respectivement (voir également l'Annexe II du document CX/PFV 02/10).
Note 12	Recommandations du Groupe de travail sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (19e CCPFV, Washington, D.C., USA, 16-20 mars 1998) : 1. Réviser la section 2.1 – Spécifications concernant les tamis circulaires afin qu'elle se lise comme suit : Si le poids total du contenu est inférieur à ~~1,5 kg (3 livres)~~ *1 kg (2 livres)*, utiliser un tamis. 2. Réviser la quatrième phrase de la section 3. Le mode opératoire devrait se lire comme suit : Sans déplacer le contenu, incliner *verticalement* le tamis *d'environ 20°* pour faciliter l'égouttage… 3. Insérer une nouvelle phrase à la fin du paragraphe : « Ce mode opératoire devrait être effectué à 20° C ± 5°C. » 4. Les instructions omettent deux étapes importantes : (1) la pesée du récipient rempli et (2) la pesée du récipient vide et sec. Ces deux poids sont nécessaires pour calculer le pourcentage de poids égoutté (matière sèche) et/ou le pourcentage de liquide. *Le Comité doit rédiger un libellé approprié pour ces modes opératoires.* **<u>Remarque du Secrétariat :</u>** Les changements proposés ont d'ores et déjà été intégrés au texte et sont mis en évidence, comme il convient (voir Annexe III).
Note 13	Recommandation du Groupe de travail sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, 19e CCPFV (Washington, D.C., USA, 16-20 mars 1998) : cette méthode devrait être remplacée par la méthode française. Le CCPFV doit soumettre la référence ou le texte de la méthode à l'examen du Comité et du CCMAS.
Note 14	Recommandation du Groupe de travail sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, 19e CCPFV (Washington, D.C., USA, 16-20 mars 1998) : cette méthode doit être supprimée.
Note 15	Recommandation du Groupe de travail sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, 19e CCPFV (Washington, D.C., USA, 16-20 mars 1998) : 1. Supprimer la référence aux « récipients métalliques ». 2. Renvoyer à la méthode ISO 90-1 pour la détermination de la capacité en eau des récipients métalliques. 3. Supprimer la section 4.1. **<u>Remarque du Secrétariat :</u>** Les changements proposés ont d'ores et déjà été intégrés au texte et sont mis en évidence, comme il convient (voir Annexe III).
Note 16	Recommandation du Groupe de travail sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, 19e CCPFV (Washington, D.C., USA, 16-20 mars 1998) : calcium dans les fruits et légumes traités - Une méthode ISO et la méthode AOAC 968.31 sont recommandées. Le CCPFV doit identifier le numéro de référence de la méthode ISO.

ANNEXE IV

MÉTHODES D'ANALYSE RECOMMANDÉES ANTÉRIEUREMENT EN TANT QUE CAC/RM OU STIPULÉES DANS LES NORMES

CAC/RM 36/1970
DÉTERMINATION DU POIDS ÉGOUTTÉ

MÉTHODE I – (fondée sur la méthode AOAC)

1. DEFINITION

Par poids égoutté, on entend le pourcentage du contenu solide déterminé par la méthode décrite ci-dessous.

2. SPECIFICATIONS CONCERNANT LES TAMIS CIRCULAIRES

2.1 Si le poids total du contenu est inférieur à 1 kg (2 livres), utiliser un tamis ayant 20 cm (8 pouces) de diamètre.

2.2 Si le poids total du contenu est égal ou supérieur à 1,5 kg (3 livres), utiliser un tamis ayant 30 cm (12 pouces) de diamètre.

2.3 Les mailles de ces tamis sont faites avec du fil de fer tissé de manière à former des ouvertures carrées de 2,8 mm[1] de côté.

3. MODE OPERATOIRE

Peser le récipient plain, l'ouvrir et vider le récipient ouvert de manière à en répartir le contenu sur les mailles d'un tamis circulaire préalablement pesé ou dont la tare est connue. Sans déplacer le contenu, incliner verticalement le tamis pour faciliter l'égouttage du liquide. Laisser égoutter pendant deux minutes, peser directement soit la matière sèche égouttée ou le liquide libéré puis peser le récipient vide.

4. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Des résultats ainsi obtenus, déduire le pourcentage m/m de liquide et le pourcentage m/m de poids égoutté (contenu solide).

5. REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUE

AOAC (1965), 30.001 : Poids égoutté.

[1] Référence à la recommandation ISO R 565 ; de tels tamis peuvent être remplacés par des tamis américains de maillage no. 8 (ouverture de 2,38 mm).

CAC/RM 37/1970
DÉTERMINATION DU POIDS ÉGOUTTÉ

MÉTHODE II

1. DEFINITION

Par poids égoutté, on entend le pourcentage du contenu solide déterminé par la méthode décrite ci-dessous.

2. SPECIFICATIONS CONCERNANT LES TAMIS CIRCULAIRES

2.1 Si le poids total du contenu est inférieur à ~~1,5~~1 kg (~~3~~2 livres), utiliser un tamis ayant 20 cm (8 pouces) de diamètre.

2.2 Si le poids total du contenu est égal ou supérieur à 1,5 kg (3 livres), utiliser un tamis ayant 30 cm (12 pouces) de diamètre.

2.3 Les mailles de ces tamis sont faites avec du fil de fer tissé de manière à former des ouvertures carrées de 11,2 mm[2] de côté.

3. MODE OPERATOIRE

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. Vider le récipient ouvert de manière à en répartir le contenu sur les mailles d'un tamis circulaire préalablement pesé ou dont la tare est connue. Sans déplacer le contenu, incliner verticalement le tamis d'environ 20° pour faciliter l'égouttage du liquide. Laisser égoutter pendant deux minutes. Après les deux minutes d'égouttage, mesurer le poids du produit alors qu'il est encore sur le tamis, en tenant compte de la tare (ou du poids du tamis). Ce mode opératoire devrait être effectué à 20°C ±5°C.

4. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Des résultats ainsi obtenus, déduire le pourcentage m/m de liquide et le pourcentage m/m de poids égoutté (contenu solide).

---

[2] Référence à la recommandation ISO R 565 ; de tels tamis peuvent être remplacés par des tamis américains de maillage no. 2 (ouverture de 11,3 mm).

CAC/RM 38-1970
DÉTERMINATION DDE LA TENEUR EN CALCIUM DES LÉGUMES EN CONSERVE
(Méthode AOAC)

1. PRINCIPES DE LA METHODE

Titrage complexométrique du calcium présent dans le produit après calcination et passage sur colonne échangeuse d'ions à forte capacité d'échange pour les phosphates.

2. REACTIFS

Les réactifs utilisés doivent être des réactifs de qualité analytique reconnue

2.1 H_2O redistillée dans un appareil de verre (de préférence) ou H_2O désionisée

2.2 Solution d'hydroxyde de potassium et de cyanure de potassium

Dissoudre 280 g de KOH et 66 g de KCN dans un litre d'H_2O

2.3 Carbonate de calcium – de première qualité, séché pendant 2 heures à 285° C

2.4 Bleu d'hydroxynaphtol – Indicateur du calcium[3]

À conserver à l'obscurité. Au bout d'une année, renouveler l'indicateur.

2.5 Acide ascorbique

2.6 Acide chlorhydrique à 5 %

Mélanger 3 volumes d'HCl avec 22 volumes d'H_2O

2.7 Acide chlorhydrique à 10 %

Mélanger 1 volume d'HCl concentré avec 9 volumes d'H_2O

2.8 Carbonate de sodium à 5 % m/v

2.9 Solution étalon de sel disodique de l'acide éthylène-diamine-tétracétrique (EDTA) 0,01M

Dans un ballon jaugé de 1 litre dissoudre 3,72 g d'EDTA (pureté supérieure à 99 %) dans H_2O et compléter au trait de jauge. Peser avec précision une quantité suffisante de $CaCO_3$ de façon à obtenir approximativement un titrage de 40 ml avec de l'EDTA 0,01M et introduire le tout dans un bécher de 400 ml. Ajouter 50 ml d'H_2O et suffisamment d'HCL à 10 % pour dissoudre le $CaCO_3$. Diluer à environ 150 ml avec H_2O et ajouter 15 ml de NaOH N, sans tenir compte de l'apparition éventuelle d'un précipité ou d'un trouble. Ajouter environ 200 mg de bleu d'hydroxynaphtol (indicateur) et titrer à partir de la couleur rose jusqu'au virage final au bleu foncé en utilisant un agitateur magnétique. Ajouter goutte à goutte les derniers millilitres de la solution d'EDTA.

[3] Mallinckrodt, No 5630 dans des flacons verseurs prêts à l'emploi, ou produit équivalent.

$$\text{Molarité de la solution} = \frac{CaCO_3\ (mg)}{EDTA\ (ml)\ X\ 100{,}09}$$

3. APPAREILLAGE

3.1 Dispositif de titrage - en lumière fluorescente, par exemple dispositif fourni par Titra-Lite Precision Scientific Co., ou équivalent.

3.2 Colonne échangeuse d'ions – d'environ 20 x 60 mm, munie d'un disque en verre tritté à pores lâches et d'un bouchon de téflon. Placer de 30 à 40 g de résine Amberlite IR-4B humide (résine échangeuse d'anions de haute capacité à l'égard des phosphates) dans un bécher de 60 ml et épuiser avec 3 portions de 250 ml de Na_2CO_3 à 5 % ou de NaOH à 5 %. Laver avec H_2O jusqu'à élimination de l'excédent de base. Traiter la résine avec 3 portions de 250 ml d'HCL à 5 % en mélangeant soigneusement après chaque opération. Rincer avec H_2O jusqu'à disparition de la couleur et transférer avec H_2O dans la colonne. La colonne est prête à l'emploi après élimination de l'H_2O à la partie supérieure de la colonne. (La capacité d'échange pour les phosphates est d'environ 1 500 mg ; par conséquent, un certain nombre de portions peuvent traverser la colonne avant qu'il soit nécessaire de la régénérer. Rincer la colonne avec environ 250 ml d'H_2O avant chaque emploi jusqu'à ce que l'éluat soit incolore.

4. PREPARATION DE L'ECHANTILLON

4.1 Liquide des tomates entières en conserve – Extraire par égouttage le liquide des tomates, le centrifuger et le passer sur un papier à filtration rapide. Peser 100 g de filtrat dans une capsule de platine ou de porcelaine. Évaporer à siccité en utilisant une étuve à ventilation, le rayonnement infrarouge ou d'autres systèmes appropriés. Calciner à une température inférieure ou égale à 525° C jusqu'à ce que le produit soit apparemment exempt de carbone (coupleur grise à brune). Laisser refroidir, reprendre par 20 ml d'H_2O, mélanger avec l'agitateur et ajouter 10 ml d'HCL avec précaution sous un verre de montre. Rincer le verre de montre dans la capsule et évaporer à siccité sur bain-marie bouillant. Ajouter 50 ml d'HCL à 10 %, chauffer sur bain-marie bouillant pendant 15 minutes et filtrer sur papier pour analyse quantitative dans un ballon jaugé de 200 ml. Laver le papier filtre et la capsule soigneusement avec H_2O chaude. Laisser refroidir le filtrat, diluer jusqu'au trait de jauge et mélanger.

4.2 Légumes en conserve – Hacher soigneusement tout le contenu de la boîte (ou une portion représentative sui le diamètre de la boîte est supérieur à 8 cm) dans un mélangeur à grande vitesse. Placer 50 g de l'échantillon (100 g si l'étiquette ne comporte aucune déclaration d'adjonction de calcium) dans une capsule de platine ou de porcelaine. Évaporer à siccité en utilisant une étuve à ventilation, le rayonnement infrarouge ou un autre système approprié. Calciner et reprendre le résidu comme indiqué pour le liquide des tomates entières en conserve.

5. DETERMINATION

Introduire une prise d'essai de 50 ml ou de 100 ml de l'échantillon préparé dans un bécher de 250 ml et ajuster à pH 3,5 avec une solution de KOH à 10 % (ajoutée goutte à goutte), en utilisant un pH-mètre et un agitateur magnétique. Faire passer l'échantillon sur la colonne de résine (la colonne est sous forme de chlorure), recueillir les effluents dans un bécher de 400 ml et régler le débit à 2-3 ml/minute. Laver soigneusement la colonne avec 100 ml d'H_2O en deux portions de 50 ml. Faire passer les premiers 50 ml dans la colonne à la même vitesse que les échantillons. Faire passer la deuxième portion à la vitesse de 6-7 ml/minute. Enfin, faire passer suffisamment d'H_2O librement dans la colonne de manière à obtenir un volume total de 250-300ml. Mélanger soigneusement et ajuster à pH 12,5-13,0 (utiliser un pH-mètre et un agitateur magnétique) avec la solution de KOH-KCN (environ 10 ml). Ajouter 0,100 g d'acide ascorbique et 200-300 mg de bleu d'hydroxynaphtol (indicateur).Titrer immédiatement avec la solution d'EDTA 0,01 M de la coloration rose au virage au bleu foncé, en utilisant un agitateur magnétique.

6. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Prise d'essai de 50 ml : $\% \text{ m/m Ca} = \dfrac{\text{Titrage} \times 0{,}4008 \times 4 \times 100}{\text{mg d'échantillon}}$

Prise d'essai de 100 ml : $\% \text{ m/m Ca} = \dfrac{\text{Titrage} \times 0{,}4008 \times 2 \times 100}{\text{mg d'échantillon}}$

Les résultats sont exprimés en pourcentage m/m de Ca dans le produit final ou dans le milieu de couverture, selon le cas.

7. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Journal of the AOAC (1966), 49, 211
Journal of the AOAC (1968), 51, 494

CAC/RM 39-1970
ÉVALUATION DES FILS DURS

1. DEFINITION

Un fil dur est un fil qui peut résister à un poids de 250 g pendant 5 secondes ou plus lorsqu'il est mis à l'épreuve conformément au mode opératoire décrit ci-après.

2. PRINCIPE

Les fils retirés de chaque gousse sont fixés dans une pince à laquelle est assujetti un poids, l'ensemble pesant 250 g, et suspendus de façon que le fil supporte la totalité du poids. Si le fil résiste au moins 5 secondes à la traction exercée, il est considéré comme un fil dur.

3. APPAREILLAGE

3.1 Pince tarée

Utiliser une pince d'accumulateur (dont les griffes ont été limées ou retournées), une pince à ressort ou une pince de relieur à surface de serrage plate. Y fixer un poids de façon que l'ensemble du poids et de la pince atteigne 250 g. Voir la figure 1. Un sac rempli de grenaille de plomb constitue un excellent poids.

4. MODE OPERATOIRE

4.1 Dans le produit égoutté. Prélever un échantillon représentatif pesant au moins 285 g. Noter le poids de cette prise d'essai.

4.2 Rompre chaque haricot et mettre de côté ceux qui présentent manifestement des fils durs. Enlever les fils des gousses et mettre de côté les gousses effilées pour les peser.

4.3 À une des extrémités du fil, fixer la pince et le poids. Saisir l'autre extrémité du fil entre les doigts (un morceau de tissu peut être utilisé pour faciliter la prise) et soulever doucement le tout.

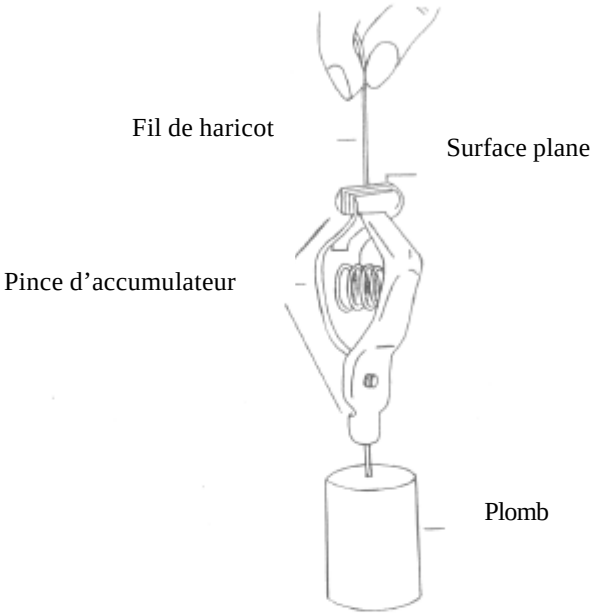
4.4 Si le fil résiste au moins cinq secondes à la traction exercée par le poids de 250 g, on juge que le haricot contient un fil dur. Si le fil casse en moins de cinq secondes, répéter l'essai sur les brins rompus d'une longueur de 13 mm ou plus pour déterminer si ces fragments sont durs.

4.5 Peser les haricots contenant des fils durs.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

$$\frac{\text{poids (en g) des gousses contenant des fils durs}}{\text{poids (en g) de la prise d'essai}} \times 100 = \%\ \text{m/m de gousses contenant des fils durs}$$

Figure 1 – Dispositif d ‘évaluation des fils durs des haricots verts ou haricots beurre



CAC/RCM 45-1972
DÉTERMINATION DU REMPLISSAGE ADÉQUAT POUVANT REMPLACER LA DÉTERMINATION DU POIDS ÉGOUTTÉ

1. DEFINITION

La méthode de détermination du remplissage adéquat peut remplacer celle du poids égoutté pour vérifier le remplissage des conserves de petits pois.

2. MODE OPERATOIRE

2.1 Verser le contenu d'un récipient dans un récipient vide du même type et ayant les mêmes dimensions, et reverser tout le contenu dans le récipient original.

2.2 Niveler les pois ainsi reversés, quelle que soit la quantité de liquide, 15 secondes après avoir reversé le contenu dans le récipient original.

3. EXPRESSION DES RESULTATS

3.1 On considère qu'un récipient muni d'un couvercle à double sertissage est complètement rempli lorsque son contenu atteint le niveau de 4,8 mm mesuré verticalement depuis le haut du double sertissage.

3.2 On considère qu'un récipient en verre est complètement rempli lorsque son contenu atteint le niveau de 12,7 mm mesuré verticalement depuis le haut du récipient.

CAC/RM 46-1972
DÉTERMINATION DE LA CAPACITÉ EN EAU DES RÉCIPIENTS

1. CHAMP D'APPLICATION

La présente méthode s'applique ~~aux récipients métalliques~~ et aux récipients de verre.

2. DEFINITION

On entend par capacité en eau d'un récipient le volume d'eau distillée à 20°C que le récipient contient une fois complètement rempli et fermé.

3. MODE OPERATOIRE

~~3.1 Récipients métalliques~~

~~3.1.1 Choisir un récipient qui n'est endommagé à aucun égard.~~

~~3.1.2 Laver, sécher et peser le récipient vide après avoir découpé le couvercle sans ôter le double sertissage ou en modifier la hauteur.~~

~~3.1.3 Remplir le récipient avec de l'eau distillée à 20°C jusqu'à une hauteur de 4,8mm mesurée verticalement depuis le haut du récipient, puis peser le récipient ainsi rempli~~

~~3.2. Récipients en verre~~

3.2.1 Choisir un récipient qui n'est endommagé à aucun égard.

3.2.2 Laver, sécher et peser le récipient vide.

3.3.3 Remplir le récipient avec de l'eau distillée à 20°C jusqu'au niveau de son couvercle, puis peser le récipient ainsi rempli.

4. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

~~4.1 Récipients métalliques~~

~~Soustraire le poids obtenu en 3.1.2 du poids obtenu en 3.1.3. La différence sera considérée comme correspondant au poids d'eau nécessaire pour remplir le récipient.~~

~~Les résultats sont exprimés en millilitres d'eau.~~

~~4.2 Récipients de verre~~

Soustraire le poids obtenu en 3.2.2 du poids obtenu en 3.2.3. La différence sera considérée comme correspondant au poids d'eau nécessaire pour remplir le récipient.

Les résultats sont exprimés en millilitres d'eau.

CAC/RM 47-1972
DOSAGE DE LA MATIÈRE SÈCHE INSOLUBLE DANS L'ALCOOL
(fondé sur la méthode AOAC)

1. DEFINITION

La teneur des petits pois en matière sèche insoluble dans l'alcool est fonction de leur texture et de leur maturité.

2. APPAREILLAGE

2.1 Spécifications concernant les tamis circulaires

2.1.1 Si le poids du contenu total du récipient est inférieur à 1,5 kg (3 livres), utiliser un tamis de 20 cm (8 pouces) de diamètre.

2.1.2 Si le poids du contenu total du récipient est égal ou supérieur à 1,5 kg (3 livres), utiliser un tamis de 30 cm (12 pouces) de diamètre.

2.1.3 Les mailles de ces tamis sont faites avec du fil métallique tissé de manière à former des ouvertures carrées de 2,8 mm de côté.[4]

3. MODE OPERATOIRE

3.1 Verser l'échantillon sur le tamis circulaire. Répartir les petits pois de façon uniforme et laisser égoutter. Verser les petits pois sur un plat blanc et enlever toutes les substances étrangères. Ajouter un volume de H_2O égal au double de celui de l'échantillon initial.

3.2 Verser à nouveau les petits pois sur le tamis, égaliser et incliner le tamis autant que possible sans déplacer les petits pois, puis les laisser égoutter 2 minutes. Avec un linge, essuyer le reste de l'eau se trouvant à la surface inférieure du tamis. Ecraser les petits pois égouttés dans un broyeur jusqu'à ce que les cotylédons soient réduits en une pâte homogène et crémeuse, agiter et introduire 20 g de cette pâte dans un bécher de 600 ml. Ajouter 300 ml d'alcool à 80 % (v/v), agiter, couvrir le bécher et amener à ébullition. Laisser frémir pendant 30 minutes.

3.3 Disposer dans un Büchner un papier filtre de dimension appropriée (il doit être préalablement préparé par 2 heures de dessication à la température d'ébullition de l'H_2O, dans un récipient à fond plat, sous un couvercle solidement fermé, refroidi dans un dessicateur et pesé immédiatement après). Transférer par aspiration à la trompe le contenu du bécher dans le Büchner en veillant à ce que le produit ne passe pas par-dessus les bords du papier filtre. Amener à sec par aspiration et laver le matériel sur le filtre avec de l'alcool à 80 % (v/v) jusqu'à ce que les liquides de rinçage soient clairs et incolores.

3.4 Disposer le papier filtre et la matière sèche insoluble dans l'alcool dans le récipient utilisé pour la préparation du papier filtre. Faire sécher 2 heures sans recouvrir à la température d'ébullition de l'H_2O, placer le couvercle sur le récipient, laisser refroidir dans le dessicateur et peser immédiatement. Du poids ainsi mesuré, soustraire le poids du récipient, du couvercle te du papier.

4. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer le pourcentage m/m de la matière sèche insoluble dans l'alcool.

---

[4] Voir recommandation ISO R 565. Ces tamis pourraient être remplacés par des tamis des Etats-Unis avec toile No. 8 (ouverture de 2,38 mm).

5. REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUE

AOAC (1965) 30.015 – Alcohol Insoluble Solids in Canned Peas (6). Officielle.

CAC/RM 48-1972
MÉTHODE POUR DISTINGUER LA VARIÉTÉ DES POIS

1. DEFINITION

Cette méthode est fondée sur la différentiation entre les grains d'amidon des types ridés et les grains d'amidon de variété lisses.

2. REACTIFS ET APPAREILLAGE

2.1 Microscope, objectif composé - grossissement de 100 à 250 - contraste de phase

2.2 Lame et lamelle couvre-objet.

2.3 Spatule.

2.4 Éthanol – 95 % v/v.

2.5 Glycérine.

3. MODE OPERATOIRE

3.1 Préparation et montage

3.1.1 Enlever une petite partie de l'endosperme et la placer sur la lame ;

3.1.2 À l'aide d'une spatule, broyer la substance avec l'éthanol à 95 % v/v ;

3.1.3 Ajouter une goutte de glycérine, placer la lamelle couvre-objet sur la substance et examiner au microscope.

3.2 Identification

Les grains d'amidon des types ridés (petit pois doux) apparaissent généralement sous forme de particules sphériques, aux contours nettement définis.

Les grains d'amidon des variétés lisses (pois ronds) se présentent comme une masse amorphe, sans forme géométrique bien définie.

CAC/RM 49-1972
DÉTERMINATION DES IMPURETÉS MINÉRALES (SABLE)

1. APPAREILLAGE

Broyeur ou mélangeur (Atomix, Turmix, Waring ou équivalent)
Béchers – d'une capacité de 2 000 ml
Entonnoirs
Papier filtre, Whatman No. 1, ou équivalent
Creusets de porcelaine ou de platine
Four à air ou bec Bunsen
Four à moufle (600° C)
Dessicateur avec desséchant actif
Balance analytique

2. REACTIFS

Solution de NaCl (15 %)
HCl
$AgNO_3$

3. PREPARATION DE LA PRISE D'ESSAI

3.1 Récipients de 500 g ou moins – utiliser la totalité du contenu, à savoir les fraises et le milieu de couverture. Réduire en pâte dans le broyeur et utiliser la portion entière pour l'échantillon d'analyse.

3.2 Récipients contenant plus de 500 g – écraser complètement le contenu de tout le récipient. Prélever rapidement 500 g pour le sous-échantillon d'analyse.

4. MODE OPERATOIRE

4.1 Introduire le sous-échantillon d'analyse dans un bécher de 2 litres, en prenant soin d'inclure tout dépôt de sable, le cas échéant.
4.2 Remplir presque entièrement le bécher avec de l'eau et mélanger le contenu en agitant, au besoin à l'aide d'une baguette.
4.3 Laisser reposer environ 10 minutes et verser la couche supérieure et l'eau dans un deuxième bécher de 2 litres.
4.4 Emplir à nouveau le premier bécher avec de l'eau, mélanger et agiter et laisser reposer encore 10 minutes.
4.5 Remplir le deuxième bécher avec de l'eau, mélanger et agiter, et laisser reposer10 minutes.
4.6 Au bout des 10 minutes, verser la couche supérieure du bécher No. 2 dans le bécher No. 3 et celle du bécher No. 1 dans le bécher No. 2.
4.7 Répéter ces différentes opérations avec soin en versant la couche supérieure du bécher No. 3 dans l'évier jusqu'à ce que toute la pulpe de fruit soit extraite de l'échantillon.
4.8 Rassembler finalement le résidu de tous les béchers dans le bécher No. 3.
4.9 Éliminer les graines ou la pulpe de fruit ayant pu se déposer en traitant le résidu du bécher No. 3avec une solution chaude de NaCl à 15 %.
4.10 Éliminer NaCl en lavant à l'eau chaude. On peut vérifier que l'élimination a été complète en testant les eaux de lavage avec $AgNO_3$.
4.11 Introduire finalement le résidu laissé par l'opération 4.10 dans un entonnoir muni d'un papier filtre exempt de cendres. Utiliser une petite portion d'eau pour s'assurer que tout le résidu a été transféré. Jeter le filtrat.

4.12 Introduire le papier filtre dans un creuset taré. Sécher dans le four à air ou au-dessus d'un bec Bunsen. Calciner dans le four à moufle pendant environ 1 heure à 600° C.
4.13 Laisser refroidir, reprendre avec 5 ml de HCl et porter à ébullition. Laisser à nouveau refroidir, ajouter 10 ml de H_2O et porter à ébullition.
4.14 Filtrer et éliminer toute trace d'aide avec de l'eau.
4.15 Calciner le filtre par dessication initiale et incinération dans un four à moufle à 600° C.
4.16 Laisser refroidir dans le dessicateur et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

5.1 On détermine le poids du résidu insoluble dans l'acide en soustrayant le poids du creuset vide de celui du creuset contenant le résidu calciné (exprimé en mg).
5.2 Exprimer la teneur en résidu, c'est-à-dire en impuretés minérales, en mg/kg du produit total.
(a) Si la prise d'essai est de 500 g, multiplier la valeur obtenue au cours de l'opération 5.1 par deux (2).
(b) Si la prise d'essai a un poids différent de 500 g, appliquer la formule ci-après :

$$X = \frac{1\,000}{P}(R)$$

où :
X = impuretés minérales
P = poids de la prise d'essai (grammes)
R = résidu restant après calcination (milligrammes)

6. REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUE

Journal of the AOAC, Vol. 54, No. 3, 1971 (pages 581-583)

DÉTERMINATION DU REMPLISSAGE MINIMAL (VOLUME) PAR DÉPLACEMENT
MÉTHODES I, II ET III
(CORNICHONS (CONCOMBRES) EN CONSERVE)

MÉTHODE I

(1) Cette méthode convient pour tous les sous-types de cornichons. Utiliser un bidon de 4 à 8 litres, équipé d'un trop plein confectionné au moyen d'un tube de métal de 0,5 cm à 1 cm de diamètre intérieur (voir figure 1). Le tube est soudé à une ouverture percée dans le flanc du bidon, à 2 ou 3 cm du fond ; il est ensuite recourbé vers le haut, parallèlement à la paroi du récipient. L'extrémité supérieure du tube est légèrement recourbée vers le bas de façon à former un déversoir 4 cm en dessous du haut du bidon. La partie la plus basse de l'orifice du trop-plein se trouve en dessous du seuil de la courbe, à l'intérieur du tube (point A), alors que le point le plus haut de cet orifice est au-dessus de ce seuil (point A). Le point le plus haut de l'orifice est légèrement en retrait par rapport au point le plus bas. Près du haut du bidon, un collier maintient fermement le tube en place. Un panier en treillis métallique (environ 8 mailles par pouce) muni d'une anse est utilisé pour immerger l'ingrédient cornichon dans le bidon.

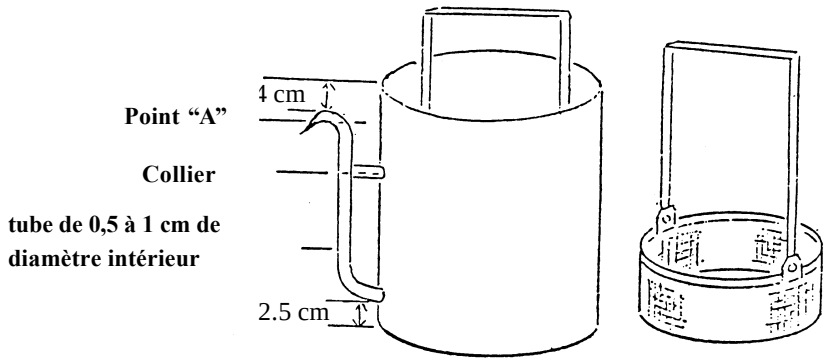
(2) Disposer le bidon sur une table horizontale, en faisant en sorte que le trop-plein de liquide puisse s'écouler dans un évier. Remplir le bidon avec de l'eau à la température ambiante (environ 20°C ou 68°F). Disposer le panier vide dans le bidon rempli d'eau.

(3) Lorsque le débordement a cessé, placer un bécher ou un cylindre gradué sous l'orifice du trop-plein.[5]

(4) Sortir le panier, y disposer l'ingrédient concombre égoutté (à la température ambiante) puis l'immerger lentement dans le bidon. Lorsque le débordement a cessé, mesurer le volume du liquide écoulé. Le pourcentage du volume occupé par l'ingrédient concombre se calcule comme suit :

$$\frac{\text{Volume du liquide écoulé}}{\text{Capacité totale(volume) du récipient (voir CAC/RM 46-1972)}} \times 100 = \text{pourcentage du volume occupé par l'ingrédient concombre}$$

Figure 1



Bidon à débordement

[5] NOTE : Dans le cas des cornichons (concombres) à la moutarde, préparer l'ingrédient concombre égoutté comme indiqué ci-après avant de déterminer le pourcentage du volume occupé par cet ingrédient : vider le contenu d'un emballage sur un tamis standard US No. 8 ou « Recommandation ISO R565 », de diamètre approprié pour que le produit soit réparti de manière régulière. Rincer la sauce adhérente avec un jet d'eau à température voisine de 20°C (68°F) Laisser égoutter pendant deux minutes en inclinant le tamis pour faciliter l'opération. Reprendre la détermination au No. 4 ci-dessus.

MÉTHODE II

(1) Remplir partiellement d'eau un cylindre gradué (ou tout autre appareil de mesure) suffisamment grand pour que l'ingrédient concombre d'un récipient y soit complètement immergé.

(2) Avant d'introduire l'ingrédient concombre, noter le volume de l'eau qui se trouve dans le cylindre partiellement rempli.[6]

(3) Introduire tous les concombres égouttés d'un récipient de manière à ce qu'ils soient entièrement submergés.

(4) Mesurer le volume de liquide et de l'ingrédient concombre après l'immersion de ces derniers.

(5) Soustraire le volume noté en (2) de celui noté en (4) pour obtenir le volume déplacé par l'ingrédient concombre.

(6) Le remplissage minimal se calcule comme suit :

$$\frac{\text{Volume déplacé par l'ingrédient concombre}}{\text{Capacité totale (volume) du récipient (voir CAC/RM 46-1972)}} \times 100 = \text{\% du volume occupé par l'ingrédient concombre}$$

MÉTHODE III

(1) Verser et recueillir le milieu de couverture d'un récipient pour procéder à d'autres déterminations – voir 2.2.3.[7]

(2) Remplir complètement avec de l'eau le récipient dans lequel se trouve l'ingrédient concombre (9.2.5).

(3) Égoutter, recueillir et mesurer l'eau.

(4) Le remplissage minimal (volume) se calcule comme suit :

$$\text{Pourcentage volumique de cornichons} = \frac{V_1 - V_2}{V_1}$$

Où :
V_1 = Capacité totale (volume) du récipient (CAC/RM 46-1972)
V_2 = Volume de l'eau égouttée au No. 3 ci-dessus

---

[6] NOTE : Dans le cas des cornichons (concombres) à la moutarde, préparer l'ingrédient concombre égoutté comme indiqué ci-après avant de déterminer le pourcentage du volume occupé par cet ingrédient : vider le contenu d'un emballage sur un tamis standard US No. 8 ou « Recommandation ISO R565 », de diamètre approprié pour que le produit soit réparti de manière régulière. Rincer la sauce adhérente avec un jet d'eau à température voisine de 20°C (68°F) Laisser égoutter pendant deux minutes en inclinant le tamis pour faciliter l'opération. Reprendre la détermination au No. 3 ci-dessus.

[7] NOTE : Dans le cas des cornichons (concombres) à la moutarde, préparer l'ingrédient concombre égoutté comme indiqué ci-après avant de déterminer le pourcentage du volume occupé par cet ingrédient : vider le contenu d'un emballage sur un tamis standard US No. 8 ou « Recommandation ISO R565 », de diamètre approprié pour que le produit soit réparti de manière régulière. Rincer la sauce adhérente avec un jet d'eau à température voisine de 20°C (68°F) Laisser égoutter pendant deux minutes en inclinant le tamis pour faciliter l'opération. Reprendre la détermination au No. 2 ci-dessus.