

RAPPORT DE LA

Tenue à Rome (Italie)
du 22 au 26 février 1960

TROISIÈME RÉUNION D'EXPERTS
GOUVERNEMENTAUX SUR L'EMPLOI
DES DÉNOMINATIONS, LES DÉFINITIONS
ET LES NORMES APPLICABLES
AU LAIT ET AUX PRODUITS LAITIERS



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

Rapport de réunion
No. An 1960/2

RAPPORT DE LA
TROISIEME, REUNION D'EXPERTS GOUVERNEMENTAUX
SUR
L'EMPLOI DES DENOMINATIONS, LES DEFINITIONS ET LES NORMES
APPLICABLES AU LAIT ET AUX PRODUITS LAITIERS

tenue à
Rome, Italie
22 au 27 février 1960

Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture Mars 1960
Rome (Italie)

TABLE DES MATIERES

	<u>Page</u>
LIST OF PARTICIPANTS.	1
BUREAU DE LA REUNION ET SOUS-COMITES.	9
RESUME DES DEBATS ET PROPOSITIONS DU COMITE.	11
ANNEXE 1 - Normes adoptées par le Comité	
Norme N° 3 - Lait concentré	19
Norme N° 4 - Lait concentré sucré,	20
ANNEXE 2 - Projet de norme soumis aux Gouvernements pour plus amples commentaires - Lait en poudre	21
ANNEXE 3 - Méthodes normalisées pour le prélèvement d'échantillons du lait et des produits laitiers adoptées provisoirement par le Comité sous réserve des commentaires à recevoir des Gouvernements.	23
A. Instructions générales	23
B. Prélèvement d'échantillons du lait, du lait écrémé et de la crème	27
C. Prélèvement d'échantillons de lait concentré,	28
D. Prélèvement d'échantillons de lait en poudre et des dérivés de lait secs	29
E. Prélèvement d'échantillons de beurre	31
Supplément aux méthodes pour le prélèvement du lait et des produits laitiers - Plan d'échantillonnage	32
ANNEXE 4 - Normes ayant fait l'objet d'un examen préliminaire par le Comité dans l'attente des commentaires à recevoir des Gouvernements	35
Normes concernant les fromages.	35
Méthode normalisée pour la détermination de l'acidité de la matière grasse du beurre	38
Méthode normalisée pour la détermination de l'indice de réfraction de la matière grasse du "beurre,	40
Méthode normalisée pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait en poudre par la méthode gravimétrique de Röse-Gottlieb	42
Méthode normalisée pour la détermination de l'indice d'iode de la matière grasse du beurre d'après Wijs	45
Méthode normalisée pour la détermination de la matière grasse dans le fromage et le fromage fondu par la méthode Schmid-Bondzynski-Ratzlaff (S.B.R)	47

LISTE DES PARTICIPANTS

DELEGUES

ALLEMAGNE
(République Fédérale d')

Dr H.H. BOYSEN
Chef de la Division Laitière
Ministerium für Ernährung
Landwirtschaft und Forsten des Landes du
Schleswig-Holstein, Kiel
REPUBLIQUE FEDERALE D'ALLEMAGNE

AUSTRALIE

H. M.E.S. McSHANE
Inspecteur Principal des Produits Laitiers
Australia House - The Strand
Londres
ANGLETERRE

AUTRICHE

Dipl. Ing. Karl RAUSCHER
Bundesministerium für Land und
Forstwirtschaft,
Leiter der Abteilung Milchwirtschaft
1, Stubenring, Vienne, AUTRICHE

BELGIQUE

M. J. SERVAIS
Directeur au Ministère de l'Agriculture,
3, rue du Méridien
Bruxelles
BELGIQUE

COLOMBIE

M. Hernando LORA MARTINEZ
Bureau des Epizooties
Paris - (Consulat de Colombie)
FRANCE

DANEMARK

M. P. KOCK HENRIKSEN
Directeur, Fédération des Associations laitières
danoises,
Mejerikontoret
Aarhus
DANEMARK

M. C. VALENTIN HANSEN
Attaché Agricole
Ambassade du Danemark
Via XXIV Maggio 14
Rome
ITALIE

M. H. METZ
Directeur,
Government Control of Dairy Products
Christians Brygge 22
Copenhague
DANEMARK

ESPAGNE

M. Guillermo ESCARDO PEINADOR
Ingénieur Agronome
Ambassade d'Espagne en Italie
Via Lima 23
Rome ITALIE

M. Santiago MATALLANA VENTURA
Secrétaire du Comité Espagnol de la
Fédération Internationale de Laiterie,
Conde Valle Suchil, 10
Madrid
ESPAGNE

ETATS-UNIS D'AMERIQUE

M. Harold E. MEISTER (Délégué)
Directeur adjoint de la Sous-Division de
l'inspection et du classement des produits
laitiers,
Dairy Division
Agricultural Marketing Service
United States Department of Agriculture
WASHINGTON 25, D.C.
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

M. William HORWITZ (Conseiller)
Chief, Food Research Branch
Food and Drug Administration
Washington 25, D.C.
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

M. David R. STROBEL (Délégué suppléant)
Directeur adjoint de la Division des
Produits Laitiers et Avicoles,
Foreign. Agricultural Service
United States Department of Agriculture
Washington 25, D.C. ETATS-UNIS
D'AMERIQUE

FRANCE

M. Arnaud DESEZ
Inspecteur divisionnaire de la Répression des
Fraudes
Ministère de l'Agriculture
42 bis, rue de Bourgogne
Paris (VIIe)
FRANCE

M. B. SAULNIER
Directeur de Laboratoire, Répression des
Fraudes
Ministère de l'Agriculture
42 bis, rue de Bourgogne
TARIS (VIIe)
FRANCE

GUATEMALA

M. Guillermo FLORES AVENDANO
Ambassadeur du Guatemala en Italie
Via Francesco Denza 27
Rome
ITALIE

INDE

M. R.H. GHISTI
Attaché agricole,
Représentant de l'Inde auprès de la FAO
Ambassade de l'Inde
Via Francesco Denza 36
Rome
ITALIE

IRAN

M. Hussein SADEGH
Conseiller Agricole de l'Ambassade d'Iran
via Camillucia 651
Rome
ITALIE

ITALIE

Prof. Scipione ANSELMINI
Istituto Superiore di Sanità
Viale Regina Elena 299
Rome
ITALIE

Dr Rodolfo BARBATO
101 Corso Vittorio
Confederazione Generale Agric. Italiana
Rome
ITALIE

Prof. Giovanni de FRANCISCIS
Direction générale des Produits Agricoles
Ministère de l'Agriculture et des Forêts
Rome, ITALIE

M. Giovanni ELISEO (Conseiller)
Chef des Services du Commerce extérieur
Via Muzio Clementi 70
Rome ITALIE

M. Guido MARZANO
Directeur de Division
Ministero Agricoltura e Foreste
(Direzione Generale della Tutela Economica)
Via XX Settembre
Rome
ITALIE

M. Antonio MASUTTI
Directeur,
Associazione Italiana Lattiere Casearia
Via Muzio Clementi 70
Rome ITALIE

Dr Giovanni MENAPACE
Via Curtatone 3
Rome
ITALIE

Dr. Enrico ORLANDUCCI
Ministero Agricoltura e Foreste
Direzione Generale Tutela Prodotti Agricoli
Rome
ITALIE

M. Romualdo OTTOGALLI
Président du Syndicat du beurre
Associazione Nazionale Grossisti
Prodotti Caseari
Via S. Tecla 2
Milano
ITALIE

M. Fernando PAGANI
Confédération de l'Agriculture,
Corso Vittorio Emanuele 101
Rome
ITALIE

M. Giovanni Paolo ROBUSTELLI
Ministère de l'Agriculture
Comité Italien de la FAO
Via XX Settembre
Rome
ITALIE

NOUVELLE-ZELANDE

M. J.J. WALKER
Inspecteur des Produits laitiers
Bureau du Haut-Commissaire pour la Nouvelle-
Zélande
St. Olaf House
Tooley Street
Londres, S.E. 1
ANGLETERRE

NORVEGE

Prof. Rasmus MORK
Collège d'Agriculture de Norvège
Vollebekk
MORVEGE

PAKISTAN

21. Nazir AHMED
Attaché Agricole
Ambassade du Pakistan
Lungotovere delle Armi 22
Rome
ITALIE

PAYS-BAS

M. Carolus EYGENRAAM
Attaché agricole de l'Ambassade des Pays-Bas
Via P.S. Mancini
Rome
ITALIE

M. Th. C. J. M. RIJSSENBEEK
Directeur de l'Elevage et de l'Industrie laitière
Ministère de l'Agriculture, des Pêches et de
l'Alimentation
La Haye
PAYS-BAS

Dr C. SOHIERE
Directeur de l'Institut pour le contrôle du lait et
des produits laitiers
L.v. Meerdeveert 56
La Haye
PAYS-BAS

Dr J. G. van GINKEL
Station laitière gouvernementale
Leiden
PAYS-BAS

POLOGNE

M. Mieczyslaw GLODZ
Vice-Président
Association des Coopératives laitières
Hoza 66/68
Varsovie
POLOGNE

M. Eugeniusz PIJANOWSKI
Professeur de Technologie alimentaire
Collège Central d'Agriculture
ul, Rakowiecka 8
Varsovie 12
POLOGNE

ROYAUME-UNI

M. L.C.J. BRETT - (Conseiller)
114, Reigate Road
Ewell, Surrey
ANGLETERRE

Dr. E. CAPSTICK ~ (Conseiller)
34 Palace Court
Londres, W 2,
ANGLETERRE

M T H T. DAVIES
Ministère de l'Agriculture, des Pêches et de
l'Alimentation,
Horseferry Road
LONDRES, S.W.1

M. F. G. WHITE
Chef de la Sous-division des produits laitiers,
Ministère de l'Agriculture, des Pêches et de
l'Alimentation
Great Westminster House
Horseferry Road
ANGELETERRE

SUEDE

Dr Waldemar LJUNG
Directeur, Svenska Mejeriernas
Riksförening Postfack
Stockholm
SUEDE

SUISSE

Dr Ernst ACKERMANN
Monbijoustrasse, 36
Berne
SUISSE

M.P. BORGEAUD
A.F.I.C.O., S.A.,
Tour de Peilz
SUISSE

M. C.A. LANDOLT
Directeur de la Maison Rötliberger et Fils,
Langnau/BE
SUISSE

Dr Emanuel PULVER
c/o Dr O. Langhard
Union Suisse du Commerce de Fromage, S.A.
Monbijoustrasse 47
Berne
SUISSE

Dr Theodor STOCKER
Secrétaire de l'Union centrale des producteurs
suisse de lait,
Laupenstrasse 7
Berne
SUISSE

OBSERVATEURS

JAPON

M. Rynichi IWASHITA
Premier Secrétaire,
Ambassade du Japon on Italie,
46, via Barnava Oriani
Rome
ITALIE

THAILANDE

M. B. SAMRITHIKUL
Ambassado Royale de Thaïlande
Via Nomentana 130
Rome ITALIA

ORGANISATIONS

FEDERATION INTER-
NATIONALE DE
LAITERIE

Prof. A.M. GUERALT
Président,
44, rue Louis Blanc,
Paris (Xe)
FRANCE

FEDERATION
INTERNATIONALE DES
ASSOCIATIONS DE
LA MARGARINE

M. Arthur BAKKER
Président
Edeseweg, 116
Bennekem (Gld)
PAYS-BAS

H. M.E.J. HIJMANS
Secrétaire général
Raamweg 44
La Haye
PAYS-BAS

CONSEIL PERMANENT
DE LA CONVENTION
DE STRESA

Mlle Francesca ZAFARANA
Secrétaire du Conseil Permanent de la
Convention de Stresa,
Comité National de la FAO,
c/o Ministère de l'Agriculture,
Rome
ITALIE

SOUS-COMITE 5 DU COMITE TECHNIQUE 34 DE L'ORGANISATION
INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Dr J.G. VAN GINKEL
Station laitière gouvernementale
Leiden
PAYS-BAS

PERSONNEL DE LA FAO

Dr K.V.L. KESTEVEN
Directeur,
Division de la Production et de la santé
animales

Dr Hans PEDERSEN
Chef, Sous-division du Lait
Division de la Production et de la santé
animales

M. E. LANCELOT
Specialiste de questions laitières
Sous-division du Lait
Division de la production et de la santé
animales

M. F.E. TOWNSHEND
Chargé de Recherches Juridiques
Service de Législation Rurale

BUREAU DE LA REUNION ETSOUS-COMITES

Le bureau de la réunion a été ainsi constitué:

PRESIDENT : M. Th. C.J.M. RIJSSENBECK (Pays-Bas)

VICE PRESIDENT : M. S. ANSELMINI (Italie)

Sous-comité A des normes:

PRESIDENT : M. T. STOCKER (Suisse)

Sous-comité B des méthodes de prélèvement d'échantillons et d'analyses:

PRESIDENT : M. B. SAULNIER (France)

RESUME DES DEBATS ET PROPOSITIONS DU COMITE

1. Lors de sa deuxième réunion, tenue en avril 1959, le Comité avait demandé que les gouvernements soient invités à faire connaître au Directeur général s'ils avaient l'intention d'appliquer le Recueil de Principes et, dans l'affirmative, s'ils pouvaient indiquer quand et de quelle manière ils se proposaient d'assurer cette application. Il avait été demandé également que des commentaires soient formulés sur les normes individuelles contenues dans le rapport et concernant les produits. Des réponses ont été reçues des trente gouvernements suivants:

Allemagne (République Fédérale d')	Japon
Australie	Maroc
Autriche	Norvège
Belgique	Nouvelle-Zélande
Birmanie	Pakistan
Canada	Panama
Ceylan	Pays-Bas
Danemark	Pérou
Espagne	Philippines
Etats-Unis d'Amérique	Pologne
Finlande	Portugal
France	Royaume-Uni
Grèce	Suède
Irlande	Suisse
Italie	Viet-Nam

2. Le Comité a pris acte avec une vive satisfaction de l'intérêt porté par les Gouvernements à répondre à sa demande. Parmi les trente réponses, vingt-trois ont indiqué que la législation nationale des pays considérés était déjà en conformité avec le Recueil ou qu'elle y serait mise dans un délai spécifié. Cinq ont indiqué que leur législation nationale serait adaptée ultérieurement aux dispositions du Recueil, le moment venu, tandis que deux ont signifié un rejet motivé. Le Comité a noté, en particulier, que tous les principaux pays intéressés au commerce international des produits laitiers ont accepté le Recueil. De ce fait, l'avenir du Recueil se trouve assuré. Le Comité a examiné chaque article du Recueil et la Note explicative tenant compte des réponses des gouvernements. Il a décidé de n'altérer en aucune façon la substance du Recueil ou de la Note explicative, mais il a apporté quelques modifications mineures dans la présentation et admis de substituer au mot "Recueil" le mot "Code". Le Comité a pris un certain nombre de décisions concernant des points particuliers soulevés dans les réponses. Le texte de ces décisions figure à la Deuxième Partie du présent Rapport. Le Comité a estimé aussi que l'application du Code se trouvant assurée par les principaux pays intéressés, il devenait possible de considérer que ceux des Gouvernements qui, dans leur réponse, soumettaient leur propre acceptation à celle d'un nombre substantiel d'autres pays, ne se trouvent plus liés par cette condition restrictive.

3. Le Comité a étudié, à la lumière des réponses reçues, les procédures les mieux appropriées pour faire rapport. D'une manière générale, il a estimé qu'il n'était pas nécessaire, pour l'instant, d'entrer dans des détails qui s'appliqueraient seulement au moment où le Code serait en vigueur depuis quelque temps. Le Comité, cependant, a demandé au Secrétariat de recueillir et présenter au Comité, lors de sa prochaine réunion, des détails complémentaires de la part des Gouvernements qui se trouvent classés dans les groupes II et III de l'analyse des réponses et de ceux,, également, qui

ont déclaré que les dispositions de leur législation nationale étaient plus rigoureuses que celles du Code (voir Deuxième Partie du Rapport). Les informations recueillies seront étudiées à la prochaine réunion. Le Comité a vivement recommandé aux pays de faire tous leurs efforts pour encourager l'adoption du Code par ceux qui ne l'ont pas accepté, ou desquels aucune réponse n'a été reçue. Le Comité a noté que les gouvernements de l'Italie et des Etats-Unis d'Amérique ont déjà fait connaître dans leur réponse leur intention de procéder ainsi. Le Comité a étudié également la possibilité de solliciter de la Conférence de la FAO l'adoption d'une résolution recommandant la plus large application possible du Code et décidé de revenir sur ce point lors de sa prochaine réunion.

4. Le Comité a été pleinement d'accord, en principe, sur la nécessité d'établir un groupe restreint d'experts gouvernementaux pour étudier l'application du Code et donner des avis à ce sujet. Il a estimé, toutefois, qu'étant donné que le Comité d'Experts gouvernementaux se réunirait lui-même sans doute, annuellement, au cours des deux ou trois années à venir, pour examiner les nouvelles normes individuelles, il serait prématuré de constituer un tel groupe dès maintenant. Le Comité a prié le Secrétariat de soumettre à sa prochaine session des propositions concernant la structure et la compétence du Groupe consultatif. Dans l'intervalle entre les sessions du Comité, le Secrétariat a été prié de réunir les renseignements complémentaires à fournir par les pays participants et qu'il paraîtrait nécessaire de soumettre au Comité, ainsi que de préparer et diffuser parmi les pays membres de la FAO des rapports annuels sur l'application du Code. Le Secrétariat a été prié également de tenir les pays participants informés des acceptations nouvellement intervenues ainsi que des détails concernant les mesures nouvelles prises par les pays ayant appliqué le Code et qui lui auront été notifiées.

5. Le Comité a examiné les deux normes qu'il avait acceptées à sa dernière réunion (Norme n° 1 pour le beurre et Norme n° 2 pour la graisse de beurre), à la lumière des réponses des Gouvernements qui avaient été sollicités de les considérer "favorablement et sincèrement". Le Comité a pris acte avec satisfaction de ce qu'un grand nombre de gouvernements les ont acceptées en tant que normes minimums. Il a décidé, en conséquence de maintenir leur texte tel quel. Le Comité a recommandé que le texte de ces normes soit publié à nouveau en y joignant la liste des pays qui les ont acceptées. Pour donner, toutefois, une pleine valeur pratique à ces acceptations, le Comité a recommandé que les gouvernements soient priés d'indiquer dans quel sens et dans quelle mesure, le cas échéant, leurs normes nationales se trouvaient être plus élevées que celles proposées dans le cadre du Code. Quand ces renseignements seront connus, ils seront publiés en même temps que le texte des normes adoptées par le Comité.

6. De cette manière, les normes et la liste des pays les ayant acceptées, ainsi que les renseignements complémentaires sur les réglementations nationales plus sévères, apporteront à ceux qui sont intéressés au commerce international des produits laitiers un texte d'une plus grande valeur pratique. Le Comité a décidé également:

- a) que chacune des normes adoptées par lui devra porter la mention qu'elle s'inscrit dans le cadre du Code de Principes;
- b) que ces normes n'affectent pas l'adoption de dispositions plus rigoureuses dans le cadre de la législation nationale;
- c) que tous les produits couverts par ces normes doivent porter une dénomination qui soit en conformité avec elles et aussi avec la législation nationale.

Le Comité s'est déclaré d'accord, en outre, sur le fait que l'acceptation d'une norme ne s'appliquerait pas au commerce avec les pays n'acceptant pas le Code, sauf qu'il est recommandé à chaque pays d'appliquer les normes dans la plus large mesure possible.

7. Le Comité a recommandé que les Gouvernements soient invités à faire connaître s'ils estiment ou non que doivent être incluses dans son programme les questions de classement de qualité en vue de les ajouter aux normes minimums pour les produits.

8. Dans le rapport de sa deuxième Réunion, le Comité avait demandé que les gouvernements soient invités à indiquer si la Norme n° 2 pour la graisse de beurre pouvait également convenir pour le ghee. Les réponses reçues n'étant pas concluantes, le Comité a recommandé que les gouvernements soient invités à nouveau à porter leur attention sur ce point, pour permettre de prendre une décision lors de la prochaine réunion.

9. Lors de sa seconde réunion, le Comité avait provisoirement adopté, en attendant les observations à recevoir des gouvernements, des normes pour le lait en poudre, le lait concentré et le lait concentré sucré. Le Comité a examiné à nouveau ces textes en détail, à la lumière des réponses reçues, et adopté les normes n° 3 pour le lait concentré et n° 4 pour le lait concentré sucré. Le Comité n'a pu, à ce stade, arriver à une conclusion finale sur la norme pour le lait en poudre, compte tenu de la situation anormalement complexe on la matière. Il a apporté un certain nombre de modifications concernant la mise en vente du lait en poudre ayant une teneur en matière grasse comprise entre 26 pour cent et 24 pour cent, et il a décidé de soumettre le texte révisé aux Gouvernements pour un examen complémentaire détaillé. Pour déterminer l'importance relative de chacun des produits à 26 pour cent de matière grasse et à 24 pour cent, le Comité a demandé que les Gouvernements soient invités à fournir les chiffres relatifs au commerce de leur pays pour les produits couverts par ces normes provisoires. Le texte du projet tel qu'il a été révisé par le Comité figure à l'Annexe 2.

10. Eu égard au projet de norme pour le lait en poudre, la délégation des Etats-Unis d'Amérique a fait la déclaration suivante:

"Nous considérons comme très importante la norme pour le lait en poudre, Nous pensons que le lait en poudre va prendre une place de plus en plus importante dans le commerce international. Nous pensons, en outre, que le plus gros marché en puissance pour ce produit peut se situer dans des zones où, dans de nombreux cas, il n'existe pour l'instant aucune norme.

Nous estimons, en conséquence, que même dès le départ, les normes doivent être aussi claires que possible. Nous considérons que les normes, dans la forme proposée, sont de nature à entraîner des confusions. Nous avons noté un changement de vues depuis la dernière réunion. Nous estimons que ceci vient de ce que nous avons appris davantage au sujet des problèmes liés à cette question.

Nous avons suggéré que le Comité a sans doute besoin d'informations plus complètes pour être en mesure d'élaborer les meilleures normes possibles. Nous apprécions, par conséquent, les propositions formulées au paragraphe 9 du présent rapport demandant que ces informations soient recueillies. Les renseignements devraient inclure les quantités, les types, la composition, les normes en vigueur et les quantités pour toutes les catégories faisant l'objet du commerce intérieur et d'exportation. Nous suggérons, en outre, que des renseignements soient fournis concernant la destination à l'exportation, les types

d'emballages, l'étiquetage, etc... Nous avons éprouvé des difficultés pour déterminer les quantités des différents types de lait sec entrant dans le commerce international. Nous avons constaté, dans quelques cas, que les pays exportateurs et importateurs déclarent ces produits seulement comme "lait en poudre ou laits de conserve", sans autre division tenant compte de la teneur en matière grasse, etc....

Le genre de renseignements demandés permettra, pensons-nous, de disposer d'éléments plus complets et d'arriver à une meilleure compréhension des problèmes impliqués quand le Comité examinera à nouveau le projet de normes pour le lait en poudre. Une telle compréhension étant acquise, nous pourrions tous, sans doute, modifier notre position présente."

11. Au cours de sa deuxième session, le Comité avait soumis à un examen préliminaire les méthodes de prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers proposés par la Fédération Internationale de Laiterie et avait demandé que les gouvernements soient invités à fournir leurs observations détaillées. Le nombre et la nature des réponses reçues n'ont pas permis, toutefois, d'effectuer une révision complète du texte. De nombreuses modifications ont été faites; en particulier, une longue introduction a été jugée superflue. Le Comité a recommandé que les Gouvernements soient invités à accorder une attention particulière à la fourniture d'observations détaillées sur le Supplément aux méthodes de prélèvement d'échantillons et sur l'équipement de prélèvement utilisé pour le beurre (Paragraphe E.1 du projet de texte). Si les renseignements appropriés sont reçus, le Comité espère pouvoir faire un examen final des méthodes de prélèvement d'échantillons au cours de sa prochaine session. Le texte des Méthodes de prélèvement d'échantillons tel qu'il résulte de la révision par le Comité figure à l'Annexe 3.

12. Le Comité a soumis également à un examen préliminaire les normes suivantes reçues de la Fédération Internationale de Laiterie depuis sa dernière réunions

Normes concernant les fromages;

Méthode normalisée pour la détermination de l'acidité de la matière grasse du beurre;

Méthode normalisée pour la détermination de l'indice de réfraction de la matière grasse du beurre;

Méthode normalisée pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait en poudre par la méthode gravimétrique de Röse-Gottlieb;

Méthode normalisée pour la détermination de l'indice d'iode de la matière grasse du beurre d'après Wijs;

Méthode normalisée pour la détermination de la matière grasse dans le fromage et le fromage fondu par la méthode Schmid-Bondzynski-Ratzlaff (S.B.R.).

Pour ce qui concerne les méthodes d'analyse, le Comité a recommandé que ces méthodes soient soumises aux gouvernements en vue de recueillir leurs observations détaillées, et d'y joindre, à titre d'exemples, les commentaires déjà reçus de certains gouvernements. Su égard à la norme pour le fromage, le Comité a apporté un certain nombre de modifications de présentation. Il a pris note, également, de la proposition faite par un certain nombre de délégations et tendant à ce que le paragraphe 1.4.4. contienne une phrase pour faire que, toutes les fois qu'il pourrait naître une confusion dans l'esprit du consommateur en ce qui concerne l'origine d'un fromage, sa

dénomination soit accompagnée de l'indication du pays producteur, sur les étiquettes, dans les documents commerciaux, etc... (par exemples Gouda suédois, Camembert hollandais, Cheshire canadien, etc.) Le Comité n'a apporté aucune modification aux normes pour le fromage de lactosérum. Le texte de ces normes tel qu'il est établi à présent figure à l'Annexe 4.

13. En ce qui concerne la question de l'inclusion de dispositions concernant l'Hygiène dans les normes pour les produits, le Comité s'est déclaré d'accord avec les vues exprimées par la Fédération Internationale de Laiterie (voir annexe 5), qui a estimé qu'il serait prématuré d'agir ainsi pour le moment.

14. Le Comité a décidé de présenter son rapport en deux parties:

La Première Partie comprends

- a) le résumé des débats et la liste des participants;
- b) le texte de toutes les normes encore en discussion ou en attente d'une réponse finale des Gouvernements.

La Deuxième Partie comprend;

- a) le texte du Code et de la Note explicative;
- b) l'état des acceptations du Codes;
- c) le texte des normes définitivement adoptées par le Comité. (Norme n° 1 pour le Beurre et n° 2 pour la Graisse de beurre);
- d) l'état des acceptations de ces normes.

Le Comité a recommandé que la Deuxième Partie du rapport soit publiée séparément de manière que le texte complet du Code et des normes qui y sont associées, ainsi que les détails concernant l'état des acceptations dans le monde entier puissent être obtenus dans une Présentation d'ensemble simple par toutes les personnes intéressées.

Résumé des recommandations

15. Le Comité demande en conséquence au Directeur général, en même temps qu'il soumettra le présent rapport à tous les gouvernements des pays membres, d'inviter chacun d'eux à:

- a) fournir au Secrétariat, sur sa demande, les renseignements complémentaires nécessaires pour mettre à jour les détails concernant l'état des acceptations du Gode, dans les pays respectifs (voir paragraphes 3 et 4 du présent rapport). Une demande individuelle sera adressée à chaque gouvernement intéressé;
- b) indiquer si le Comité doit inclure dans son programme les questions relatives au classement de qualité (voir paragraphe 7 du présent rapport);
- c) faire connaître, à titre d'information, dans le cas où l'acceptation de la norme n° 1 pour le Beurre et/ou de la norme n° 2 pour la graisse de beurre (figurant à la deuxième partie du présent rapport) en tant que normes minimums, aurait déjà été communiquée à la PAO conformément aux recommandations de la deuxième réunion, les exigences nationales plus rigoureuses s'appliquant à ces produits, et à faire connaître également si la norme n° 2 est applicable au Ghee;

- d) considérer favorablement et sincèrement l'application de la norme n° 3 pour le lait concentré et de la norme n° 4 pour le lait concentré sucré (figurant à l'Annexe 1) et, s'ils sont en faveur de l'application de ces normes en tant que normes minimums, d'indiquer, à titre d'information, toutes stipulations nationales plus rigoureuses concernant ces produits;
- e) fournir des observations détaillées sur le projet de norme pour le lait en poudre (figurant à l'Annexe 2) et fournir des chiffres concernant le commerce de leurs pays intéressant les produits couverts par ce projet de norme (voir paragraphes 9 et 10 du présent rapport) ;
- f) fournir des commentaires détaillés sur le projet de norme concernant les méthodes de prélèvement d'échantillons, et spécialement sur le Supplément à ces méthodes, ainsi que des renseignements sur le matériel de prélèvement en usage pour le beurre prévu au. paragraphe E.1 du projet (le projet figure à l'Annexe 3);
- g) fournir des commentaires détaillés sur les projets de normes présentés par la Fédération Internationale de Laiterie (figurant à l'Annexe 4)

Les Gouvernements devraient être invités à adresser leurs réponses et commentaires au Directeur général de la FAO pour le 1er septembre 1960.

16. Le Comité demande au Directeur général de "bien vouloir convoquer une quatrième réunion des Experts gouvernementaux pas plus tard qu'en mars 1961, pour que puissent être étudiés plus avant les différents projets de normes actuellement en mains, et que l'application du Code de principes soit poursuivie et renforcée dans le monde entier. Le Comité demande, en outre, au Directeur général de bien vouloir convoquer une réunion des Sous-Comités A ou B, suivant le cas, à la fin de l'automne 1960, si une telle réunion se trouvait justifiée par la nature des commentaires reçus des Gouvernements.

NORMES ADOPTEES PAS LE COMITE

NORME N° 3

LAIT CONCENTRE

1. Définition

Produit liquide obtenu uniquement par l'élimination partielle de l'eau du lait ou du lait écrémé.

2. Additions autorisées

Des substances non dangereuses pouvant être nécessaires pour la fabrication, telles que, par exemples

Phosphate de sodium		comme stabilisants
Citrate de sodium		
Chlorure de calcium		

3. Dénominations et normes

- 3.1 Lait concentré
Lait concentré non sucré
Lait entier concentré
Lait entier concentré non sucré
Lait évaporé

Le produit doit contenir:

- au moins 7,5 pour cent de matière grasse en poids;
- au moins 25 pour cent d'extrait sec provenant du lait, en poids.

- 3.2 Lait écrémé concentré
Lait écrémé concentré non sucré
Lait écrémé évaporé

Le produit doit contenir au moins 20,0 pour cent d'extrait sec provenant du lait, en poids.

Norme n° 4

LAIT CONCENTRÉ SUCRÉ

1. Définition

Produit obtenu uniquement par l'élimination partielle de l'eau du lait ou du lait écrémé, avec addition de sucres.

2. Additions autorisées

Des substances non dangereuses pouvant être nécessaires pour la fabrication.

3. Dénominations et normes

- 3.1 Lait concentré sucré
Lait entier concentré sucré

Le produit doit contenir :

- au moins 8,0 pour cent de matière grasse, en poids;
- au moins 28,0 pour cent d'extrait sec provenant du lait, en poids.

- 3.2 Lait écrémé concentré sucré.

Le produit doit contenir au moins 24,0 pour cent d'extrait sec provenant du lait, en poids.

PROJET DE NORME: SOUMIS AUX GOUVERNEMENTS
POUR PLUS AMPLES COMMENTAIRES

LAIT EN POUDRE

1. Définition

Poudre obtenue par élimination uniquement d'eau du lait, du lait partiellement écrémé, du lait écrémé.

2. Additions autorisées

Des substances non dangereuses pouvant être nécessaires pour la fabrication.

3. Dénominations et normes

- 3.1 Poudre de lait entier
Lait entier en poudre
Lait entier sec
Poudre de lait
Lait en poudre
Lait sec

Doit contenir au moins 2.6 pour cent de matière grasse en poids et au plus 5 pour cent d'eau en poids dans le produit.

Dans des cas exceptionnels, le produit peut, en vertu de la législation nationale, contenir moins de 26 pour cent, mais au moins 24 pour cent de matière grasse en poids, pourvu que:

- a) le produit soit conditionné en emballages individuels d'au moins 25 kg;
- b) le produit soit désigné sous la dénomination "lait en poudre" ou "lait sec";
- c) l'étiquette porte la mention "contient au moins 24 pour cent de matière grasse, en poids".

- 3.2 Poudre de lait partiellement écrémé contenant au moins ... % de matière grasse.

Lait partiellement écrémé en poudre contenant au moins ... % de matière grasse.

Lait sec partiellement écrémé contenant au moins ... % de matière grasse. Doit contenir au plus 5 pour cent d'eau, en poids, dans, le produit. Doit contenir entre 1,5 pour cent et 26 pour cent de matière grasse en poids dans le produit. Le pourcentage de matière grasse, en poids, dans le produit, doit être indiqué.

- 3.3 Poudre de lait écrémé
Lait écrémé en poudre
Lait écrémé sec

Doit contenir au plus 1,5 pour cent de matière grasse, en poids, dans le produit.
Doit contenir au plus 5 pour cent d'eau, en poids, dans le produit.

METHODES NORMALISEES POUR LE PRELEVEMENT D'ECHANTILLONS
DU LAIT ET DES PRODUITS LAITIERS
ADOPTÉES PROVISOIREMENT PAR LE COMITE
SOUS RESERVE DES COMMENTAIRES A RECEVOIR DES GOUVERNEMENTS

Introduction

Ces instructions sont destinées à fournir des règles de base pour les transactions commerciales dans le commerce international. Elles ne se proposent pas de remplacer les méthodes officielles de prélèvement d'échantillons et d'analyses prescrites pour le contrôle intérieur des denrées alimentaires par les législations nationales.

A. INTERUCTIONS GENERALES

1. Instruction d'ordre administratif

- 1.1 Les prélèvements doivent être effectués par un agent neutre autorisé ou assermenté; ayant reçu une formation technique appropriée, Il doit être exempt de toute maladie contagieuse.
- 1.2 Les prélèvements doivent, si possible, avoir lieu en présence de témoins représentant les parties intéressées.
- 1.3 Les prélèvements doivent être accompagnés d'un procès-verbal signé par l'agent assermenté et contresigné par les témoins, s'il y en a. Ce procès-verbal doit mentionner avec précision le lieu, la date et l'heure du prélèvement, le nom et la qualité de l'agent de prélèvement et de chacun des témoins, le mode opératoire exact suivi pour l'exécution des prélèvements, dans le cas où ce mode opératoire se serait écarté des méthodes standards prescrites, la nature et le nombre des unités constituant le lot, avec indication de leurs numéros et marques d'identification du lot, quand ils existent, le nombre d'échantillons prélevés dûment identifiés par rapport aux lots sur lesquels ils ont été prélevés, et la destination donnée aux échantillons. S'il y a lieu, le rapport mentionnera également toutes les conditions ou circonstances du prélèvement, par exemple: état des emballages et de leurs alentours, humidité et température atmosphérique, méthode de stérilisation du matériel de prélèvement, addition d'antiseptiques aux échantillons et tous autres renseignements relatifs au matériel analysé.
- 1.4 Chaque échantillon sera scellé et muni d'une étiquette mentionnant la nature du produit, les numéros et marques d'identification du lot sur lequel a été prélevé l'échantillon, s'ils existent: la date du prélèvement, le nombre d'échantillons prélevés sur le lot, l'importance du lot et le nom et la signature de l'agent de prélèvement. Dans certains cas (pour l'analyse de certains fromages, par exemple) le poids de l'échantillon ou le poids de l'unité dont il provient devront également figurer sur l'étiquette
- 1.5 Tous les échantillons seront prélevés au moins en double, une série étant conservée éventuellement en chambre froide et mise aussitôt que possible à la disposition de l'autre partie, Il est conseillé, avec l'accord

préalable des parties, de prélever une troisième série d'échantillons qui, s'il y a lieu, sera gardée pour un arbitrage indépendant.

Aussitôt après le prélèvement, les échantillons devront être dirigés sur le laboratoire l'analyse.

2. Instructions d'ordre technique

2.1 Matériel de Prélèvement

2.1.1 Description et caractéristiques sont données pour chaque type de produit à échantillonner.

2.1.2 Prélèvements destinés aux analyses chimiques: le matériel et les récipients de prélèvement devront être secs et propres et ils ne devront communiquer aucune odeur ni aucun goût étrangers.

2.1.3 Prélèvements destinés aux analyses bactériologiques ou organoleptiques: le matériel de prélèvement devra être propre, il ne devra communiquer aucune odeur ni aucun goût étrangers au produit et il devra être traité par l'une; des méthodes suivantes;

- a) Séjour de deux heures dans l'air chaud à 1.60 -170°C.
- b) Séjour de 15 minutes dans la vapeur à 120°C (autoclave)
- c) Séjour d'une heure dans la vapeur à 100°C (matériel devant être utilisé le jour même).
- d) Séjour de 3" seconde dans l'eau à 100°C (matériel devant être utilisé immédiatement).
- e) Immersion dans l'alcool à 7° pour cent et flambage pour éliminer l'alcool par combustion immédiatement avant l'emploi.

Le choix de la méthode sera guidé par la nature, la forme et les dimensions du matériel, et par les conditions du prélèvement. Le matériel utilisé, y compris les récipients servant à l'échantillonnage, doit être stérilisé, chaque fois que c'est possible, selon l'une des deux méthodes a) ou b). Les méthodes c). d) et e) ne seront considérées que comme méthodes secondaires.

2.2 Récipients de prélèvements

2.2.1 Produits liquides

Utiliser des flacons susceptibles d'être éventuellement stérilisés, d'une forme et d'une contenance convenant au produit à prélever (définies dans chaque cas particulier).

Les flacons seront hermétiquement clos soit par un bouchon de caoutchouc, soit par une capsule à vis métallique ou de matière plastique, munie intérieurement d'un joint d'étanchéité en matière plastique insoluble, non absorbant, insensible aux graisses et non susceptible d'influer sur l'odeur, la saveur ou la composition du lait ou de ses dérivés.

Lorsqu'on se sert de bouchons de caoutchouc, ceux-ci seront recouverts d'une matière non absorbante, inodore (telle qu'une

matière plastique appropriée) avant d'être introduits dans le goulot du récipient d'échantillonnage.

2.2.2 Produits solides ou pâteux

Utiliser des récipients cylindriques, à large ouverture, en verre ou en métal inoxydable, éventuellement stérilisables, d'une contenance en rapport avec l'importance de l'échantillon à prélever (définie dans chaque cas particulier). La fermeture de ces récipients sera assurée par un des moyens définis ci-dessus.

2.2.3 Petits récipients pour la vente au détail

Les échantillons peuvent être constitués par ces récipients eux-mêmes, intacts et fermés.

2.3 Technique de prélèvement

La méthode exacte de prélèvement, le poids ou le volume du produit et le nombre d'unités à prélever comme échantillons varient selon la nature des produits et le but assigné au prélèvement. Ces éléments sont définis pour chaque cas particulier.

2.4 Conservation des échantillons

2.4.1 Analyse chimique Les échantillons de produits liquides pourront être additionnés d'un produit conservateur convenable. Celui-ci ne doit pas intervenir dans l'analyse: sa nature et les quantités utilisées seront mentionnées sur l'étiquette et dans tout procès-verbal. Sauf dispositions contraires mentionnées aux chapitres C, D, E, etc. ci-après, concernant les différentes catégories de produits laitiers, les échantillons de produits pâteux, solides ou secs, ne seront pas additionnés de produits conservateurs. Ils devront être rapidement refroidis et conservés en chambre froide de 0 à + 5°C.

2.4.2 Analyse bactériologique et examen organoleptique: les échantillons ne seront jamais additionnés de produits conservateurs. En revanche, ils seront conservés à basse température (0 à 5°C), sauf dans le cas de produits laitiers de conserve, prélevés sous forme de récipients entiers non ouverts, dans lesquels la produit est mis en vente. Les produits liquides et le beurre seront conservés dans la glace, et l'analyse bactériologique des produits liquides se fera le plus rapidement possible, et en tous cas, moins de 24 heures après le prélèvement.

2.5 Transport des échantillons

Les échantillons doivent être acheminés vers le laboratoire le plus tôt possible après le prélèvement. Des précautions seront prises pour qu'ils ne soient pas soumis, pendant le transport; à la lumière solaire directe et à des températures supérieures à 10°C, dans le cas de produits périssables. Dans le cas de produits destinés à l'analyse bactériologique, ce transport doit être effectué dans des caisses isothermes, maintenues à basse température (moins de 5°C), sauf dans le cas des produits laitiers en conserve., prélevés sous forme de récipients entiers non ouverts, ou dans le cas de transport de très courte durée,

3. Nombre et choix des échantillons

Des instructions sont données pour chaque produit particulier dans le supplément au. présent document.

B. PRELEVEMENT D'ECHANTILLONS DU LAIT, DU LAIT ECREME ET DE LA CREME

1. Matériel de prélèvement

Des agitateurs sont nécessaires pour mélanger les liquides en vrac. Ils doivent être d'une surface suffisante pour provoquer une bonne agitation du produit, et assez légers pour que l'opérateur puisse les mouvoir rapidement dans le liquide. On recourra à une agitation mécanique pour mélanger le contenu de grands récipients.

Prélever l'échantillon au moyen d'un plongeur de dimension convenable. Si l'échantillon est prélevé en vue d'une analyse bactériologique, stériliser le matériel de prélèvement comme prescrit dans A-2.1.3.

2. Choix et nombre des échantillons

Des instructions sont données pour chaque produit particulier dans le supplément au présent document.

3. Façon d'opérer le mélange

3.1 Le liquide sera dans tous les cas, soigneusement mélangé, par exemple en versant d'un récipient dans un autre, en agitant avec un plongeur ou par un moyen mécanique.

3.2 Dans les cas de grands récipients, l'agitation doit être prolongée jusqu'à ce que la masse soit homogène.

3.3 Pour la crème, donner au moins dix coups de plongeur, l'agitateur immergé étant chaque fois déplacé en prenant soin d'éviter le barattage et le fouettage,

3.4 Prélever l'échantillon immédiatement après le mélange.

C. PRELEVEMENT D'ECHANTILLONS DE LAIT CONCENTRE

1. Récipients en vrac (fûts, barils; etc.)

Mélanger très soigneusement toute la masse; avant le prélèvement.

1.1 Matériel de prélèvement

Le matériel convenant généralement le mieux est un agitateur métallique pourvu à la base d'un large disque perforé, et suffisamment long pour atteindre le fond, du récipient.

1.2 Technique du prélèvement

On utilisera l'agitateur pour mélanger le contenu et pour racler le produit adhérent aux parois et au fond du récipient. 2-3 litres du contenu soigneusement mélangé seront transvasés dans un récipient plus petit, dans lequel on recommencera l'agitation; et on prélèvera un échantillon de 200 g au moins.

1.3 Les flacons à échantillons auront un grand diamètre et des couvercles étanches.

2. Petits récipients pour la vente au détail

2.1 L'échantillon consistera en un récipient intact et fermé et portera si possible les marques de code pour l'identification de fabrication.

2.2 Choix des unités

Le nombre minimum et le choix des unités qu'il convient de prélever sont indiqués dans les instructions données dans le supplément.

2.3 Nombre d'échantillons

Des instructions sont données pour chaque produit en particulier dans le supplément.

2.4 Traitement des échantillons

Les récipients ne pourront être ouverts avant l'analyse. Ils porteront une étiquette mentionnant la date de prélèvement et un signe spécial d'identification.

D. PRELEVEMENT D'ÉCHANTILLONS DE LAIT EN POUDRE ET DES DÉRIVÉS DE LAIT SECS

1. Dans le cas de récipients en vrac, pour un même récipient, le prélèvement aux fins d'analyse chimique ou organoleptique sera exécuté indépendamment du prélèvement destiné à l'analyse bactériologique
2. Prélèvements aux fins d'analyse chimique et d'examen organoleptique
 - 2.1 Matériel de prélèvement

Prélever, à l'aide d'une tige sonde propre et sèche, en acier inoxydable, aluminium ou alliage d'aluminium.
 - 2.2 Technique du prélèvement

Le tube sera enfoncé posément dans la poudre à une allure régulière. Il sera retiré dès qu'il aura atteint le fond du récipient à échantillonner. Les doigts ne devront pas toucher la poudre. Une ou plusieurs sondes seront prélevées pour arriver à un échantillon de 300 à 500 g et leur contenu sera déversé immédiatement dans le récipient destiné à contenir l'échantillon.
 - 2.3 Récipients pour échantillons

Les échantillons seront transvasés dans des récipients propres et secs, étanches à l'air et, si c'est nécessaire pour l'examen, opaques. Les dimensions du récipient seront suffisantes pour permettre le mélange par agitation.
 - 2.4 Dans le cas de poudres de lait emballées sous gaz, le récipient original intact sera soumis comme échantillon si on exige une analyse du gaz. On peut exiger plusieurs récipients (jusqu'à quatre).
3. Prélèvements aux fins d'analyse bactériologique
 - 3.1 Les échantillons destinés à l'analyse bactériologique proviendront du même emballage ou du même récipient: prélevés, pour les examens chimique et organoleptique. L'échantillon destiné à l'analyse bactériologique sera relevé en premier lieu.
 - 3.2 Matériel de prélèvement

Prélever les échantillons: au moyen d'une cuillère stérile en acier inoxydable ou en aluminium. Stériliser un certain nombre de cuillères supplémentaires dans un récipient métallique fermé, en le passant au four à air chaud à 160 - 170°C pendant deux heures; plonger la cuillère dans l'alcool et l'enflammer pour éliminer l'alcool par combustion juste avant de s'en servir, nettoyer et stériliser la cuillère avant chaque prélèvement, à moins de disposer d'un certain nombre de cuillères stériles.
 - 3.3 Technique du prélèvement

Écarter la couche supérieure de poudre de la zone de prélèvement au moyen d'un instrument métallique stérile (par exemple, un couteau à large lame ou une autre cuillère). Utiliser ensuite une cuillère stérile pour prélever, si possible à un endroit proche du centre du récipient, un

échantillon de 50 à 20 C g. Placer, le plus rapidement possible, l'échantillon dans le récipient ad hoc, qu'on formera aussitôt en observant des précautions d'asepsie. En cas de cents station se rapportant aux conditions bactériologiques de la couche supérieure de poudre d'un emballage, il convient de prélever pour analyse un échantillon spécial de la souche superficielle.

3.4 Récipients pour échantillons

Les échantillons seront placés dans des récipients de verre, propres, secs et stériles, pouvant être rendus tanches à l'air et de préférence en verre brun pour arrêter la lumière.

4. Choix des unités

Des instructions sont données pour chaque produit particulier dans le supplément.

E. PRELEVEMENT D'ECHANTILLONS DE BEURRE

1. Matériel de prélèvement

Les sondes à beurre seront en acier inoxydable; elles auront un diamètre d'au moins 30 mm et une longueur suffisante pour atteindre en diagonale la "base du récipient. Les spatules ou couteaux utilisés pour retirer des parties d'échantillons de la sonde seront en acier inoxydable. Les spatules, couteaux et sondes seront nettoyés et sèches avant emploi et, si le prélèvement est destiné à des analyses bactériologiques, ils seront stérilisés en les traitant à l'alcool, puis par flambage, ou bien encore en les plongeant dans de l'eau à 100°C pendant 30 secondes au moins et en les refroidissant à la température ambiante immédiatement avant usage.

2. Technique du. prélèvement

Effectuer deux sondages. L'un sera obtenu en introduisant une sonde en diagonale de l'extrémité ouverte à travers la masse de beurre (à partir du. bord d'un fût). L'autre sera obtenu en introduisant la sonde, verticalement, depuis un point quelconque de la surface jusqu'à la base de la caisse ou du. fût. L'échantillon comprendra des parties prélevées en différents points des deux sondes, de façon à atteindre un poids total minimum de 200 g. Garder une portion de l'échantillon d'environ 25 mm de long pour refermer le trou de sonde.

3. Récipients pour échantillons

Les récipients pour échantillons seront des flacons à large ouverture, conformes aux stipulations indiquées sous A-2.2.2. Le flacon sera rempli à la moitié au moins de sa capacité, et hermétiquement clos. Aussitôt fermé, le flacon contenant le beurre sera emballé dans du. papier et placé dans un local sombre. Le beurre ne doit venir en contact ni avec le papier, ni avec aucune surface absorbant l'eau ou la graisse.

4. Choix des unités

Le choix des unités repose sur des considérations spéciales qui peuvent varier avec la nature du lot et le but dans lequel l'échantillonnage est demandé. Des instructions sont données au. Supplément ci-dessous.

SUPPLEMENT
AUX
METHODES POUR LE PRELEVEMENT D'ECHANTILLOIS
DU LAIT ET LES PRODUITS LAITIERS

PLAIT L'ECHAETILLCEEAGI

A. Généralités

L'objet de l'échantillonnage est de prélever une portion du produit qui permette de représenter le lot avec une précision admissible et qui soit compatible avec le nombre d'analyses à effectuer. L'importance de l'échantillon telle qu'elle est recommandée est un minimum et peut être augmentée si besoin est.

Les suggestions figurant aux chapitres B, C, D, E ci-après sont offertes à titre indicatif pour garantir que les échantillons représentatifs sont obtenus en vue de permettre une appréciation exacte de la qualité.

B. Lait et Crème

Un échantillon élevé chacune des pièces prises au hasard. et les échantillons ne doivent pas être mélangés. Dans le cas de marchandises contenues dans des bidons ou dans des bouteilles, le nombre de pièces prises au hasard peut être le suivant:

	Nombre total de pièces	Nombre minimum de pièces faisant l'objet d'une prise d'échantillons
Bidons	1	1
	2 à 4	2
	5 à 9	3
	10 à 20	4
	21 à 100	10
	au-dessus de 100	10, plus une pour chaque centaine de bidons ou fraction de 100 bidons
Bouteilles	1 à 100	1
	101 à 1000	2
	1001 à 10 000	4
	au-dessus de 10 000	4, plus une pour chaque fraction de 2500 bouteilles ou partie de 2500 bouteilles.

Quand le prélèvement s'effectue sur un lot de bouteilles, l'échantillon est constitué par une bouteille non ouverte.

C. Lait concentré sucré et lait concentré stérilisé

Les boîtes doivent être prises autant que possible dans différentes caisses de l'expédition. Les boîtes sont généralement emballées en caisses. Le nombre de boîtes prélever est relation avec l'importance de l'envoi et les nombres minimums suivants sont proposés à titre d'orientation. Quand les échantillons mentionnés ci-dessous ne portent pas de marques d'identification, d'échantillons doit être considérablement augmenté.

Nombre de caisses ou de cartons	Nombre de boîtes	Nombre minimum d'échantillons
	moins de 48	1
1 - 9	48 - 479	2
10 - 49	480 - 2352	3
50 - 99	2400 - 4752	4
100 - 249	4800 - 11952	5
250 - 550	12000 - 26400	6
plus de 550		1 échantillon par 100 caisses ou frac- tion de 100 caisses

Chaque échantillon doit comprendre 3 boîtes, dont une est conservée par l'acheteur, une par le vendeur et une par l'autorité indépendante chargée de l'arbitrage. Dans le cas d'analyse bactériologique, il faut prélever au moins 20 échantillons.

D. Lait en poudre et Produits laitiers séchés

Le nombre d'échantillons doit être en rapport avec l'importance de l'expédition, et les nombres minima suivants sont proposés à titre indicatif. Quand les échantillons mentionnés ci-dessus ne portent pas de marques d'identification, le nombre d'échantillons doit être considérablement augmenté,,

Dimensions de l'expédition	Nombre minimum d'échantillons
1 emballage	1 échantillon
2-10 "	2 "
11 - 200 "	3 "
201 - 400 "	4 "
plus de 400 "	1 pour cent emballages

Chaque échantillon doit être pris en trois exemplaires; l'un est conservé par l'acheteur, l'un par le vendeur et le dernier par une autorité indépendante chargée de l'arbitrage. Les échantillons doivent être examinés individuellement. En cas d'analyse bactériologique;, il est souhaitable d'échantillonner au moins dix emballages, à moins que la totalité de l'envoi n'en comporte moins de 10

E. Beurre

L'échantillonnage peut être réclamé pour déceler des variations dans la composition de quelques-une des éléments de l'ensemble de l'expédition plutôt que pour en déterminer la composition moyenne. Comme-indication générale, il est suggéré, dans le cas de grands récipients (caisses, barils) ou d'un très grand nombre d'emballages, d'en échantillonner un pour cent.

Dans le cas de beurre emballé en petit format (paquets), les nombres minima suivants sont proposés:

Nombre de pains	Nombre minimum d'échantillons à prélever
Jusqu'à 100	2
101 à 1000	5
1001 à 10 000	10
plus de 10 000	0,1 pour cent

L'utilisation de tables de probabilité pour l'échantillonnage d'une expédition en vrac n'est pas applicable dans tous les cas; il ne faut en attendre de résultats sérieux que dans le cas d'examens courants de lots assez homogènes.

Dans quelques cas, les méthodes standards d'échantillonnage sont sans valeur, par exemple pour l'appréciation des propriétés rhéologiques et organoleptiques, parce qu'il n'est pas possible de déterminer ces propriétés à partir d'un petit échantillon ou parce qu'elles peuvent être modifiées du fait de l'échantillonnage ou pendant le transport de l'échantillon.

Dans de tels cas, il peut être nécessaire de prendre un gros échantillon ou d'examiner l'expédition sur place.

F. Fromages

Il est conseillé de prélever de 0,5 à 2 pour cent des unités, mais en aucun cas moins de 2 unités. On devrait prélever des éléments des cuvées ou fabrications individuelles quand celles-ci peuvent être identifiées dans le lot.

NORMES AYANT FAIT L'OBJET D'UN EXAMEN PRELIMINAIRE
PAR LE COMITE DANS L'ATTENTE DES COMMENTAIRES
A RECEVOIR PES GOUVERNEMENTS

NORMES CONCERNANT LES FROMAGES

I. FROMAGES

1.1 Définition

Les "fromages" sont le produit fermenté ou non, obtenu par égouttage après coagulation du lait, de la crème, du lait totalement ou partiellement écrémé, du babeurre ou de leur mélange.

1.2 Dénomination des fromages

Les dénominations utilisées pour désigner les différents types de fromages (par exemple; Emmenthal, Gouda, etc.), ne s'appliquent qu'aux produits conformes à la définition donnée dans l'article 1 pour les fromages.

1.3 Additions autorisées:

Les substances ci-dessous peuvent être ajoutées, à la condition que l'addition de telles substances n'ait pas pour but de les substituer à l'un quelconque des constituants du lait'.

- a) Substances non dangereuses nécessaires à la fabrication;
- b) Produits aromatisants naturels ne provenant pas du lait, telles que les épices, dans une proportion telle qu'ils puissent être considérés seulement comme aromatisants et à la condition que le fromage reste le constituant essentiel et que l'addition soit mentionnée dans la dénomination du produit (par exemple, fromage aux herbes).

1.4 Marquage et étiquetage

1.4.1 Fromages contenant moins de 45. pour cent de matières grasses:

Lorsqu'un fromage contient moins de 45 pour cent de matières grasses dans l'entrant sec, le pourcentage minimum de matières grasses doit être indiqué sur tous les pains ou moules ainsi que sur tous les emballages originaux et préemballages présentés aux consommateurs.

1.4.2 Fromages contenant 45 pour cent ou plus de matières grasses:

Lorsqu'un fromage contient 45 pour cent ou plus de matières grasses dans l'extrait sec, il peut porter la mention du pourcentage minimum de matières grasses dans l'extrait sec

Note: Lorsqu'elle est déjà en usage, la désignation "fromages tout gras" peut continuer à être utilisée pour les fromages contenant 45 pour cent ou plus de matières grasses dans l'extrait sec, à condition que les prescriptions générales du Gode de principes FAO soient respectées.

La teneur en matière grasse du fromage doit être exprimée en pourcentage dans l'extrait sec.

1.4.3 Dispositions générales:

L'indication du pourcentage de matières grasses dans l'extrait sec doit figurer, sur les pains ou moules et les emballages originaux et préemballages présentés aux consommateurs, en chiffres parfaitement lisibles et proportionnels en dimensions au format de l'emballage,

1.4.4 Dispositions supplémentaires pour l'exportation

Les fromages ou leurs emballages doivent porter le nom du pays producteur et le nom ou un indicatif permettant l'identification du fabricant.

II. FROMAGE DE LACTOSÉRUM

2.1 Définition Le "fromage de lactosérum" est le produit obtenu par concentration du sérum de lait avec ou sans addition de matières grasses provenant du lait.

2.2 Normes pour l'exportation

2.2.1 La norme de composition pour le "fromage de lactosérum" est le pourcentage de matières grasses dans l'extrait sec.

2.2.2 Fromage de lactosérum tout gras:

Le pourcentage minimum de matières grasses dans l'extrait sec pour le fromage de lactosérum tout gras est de 33 pour cent.

2.3 Marquage et étiquetage

2.3.1 Le fromage de lactosérum ou les emballages de fromage de lactosérum doivent porter la mention "fromage de lactosérum" le nom du pays de production et la teneur minimum en matières grasses.

2.3.2 L'indication du pourcentage de matières grasses dans l'extrait sec et la mention "fromage de lactosérum" doivent figurer en lettres et en chiffres parfaitement lisibles et proportionnels en dimensions au format du fromage ou de son emballage.

ANNEXE 4

METHODEE NORMALISEE POUR LA DETERMINATION DE L'AGILITE DE LA MATIERE GRASSE DU BEURRE

I. DEFINITION DE L'ACIDITE

L'acidité de la matière grasse du beurre est indiquée en "degrés d'acidité". Par le "degré d'acidité" de la matière grasse du beurre, on entend le nombre de millilitres de liqueur normale alcaline nécessaire pour neutraliser les acides gras libres dans 100 g de matière grasse du beurre préparée comme il est prévu au paragraphe 3 ci-dessous.

II. ANALYSE

1) Appareils et Matériel

- 1.1 Balance analytique, sensibilité 0,1 mg
- 1.2 Fioles d'Erlenmeyer d'une capacité de 300 ml.
- 1.3 Burette avec graduation en 0,1 ml, étalonnée.

2. Réactifs

- 2.1 Mélange d'alcool et d'éther neutralisé (Parties égales d'alcool éthylique à 95 pour cent et d'éther éthylique, neutre à la phénolphtaléine)
- 2.2 Liqueur décimolaire (0,1 N) de NaOH ou KOH
- 2.3 Solution alcoolique à 1 pour cent de phénolphtaléine.

3) Préparation de l'échantillon

Pour extraire la matière grasse du beurre, fondre le beurre à 50-60°C, laisser reposer quelque temps dans l'obscurité, décanter et filtrer sur un filtre sec. Pour déterminer l'acidité; employer la matière grasse du beurre fondu, limpide et bien mélangé.

4) Mode opératoire

- 4.1 Peser dans la fiole d'Erlenmeyer, à 1 mg près, de 5 à 10 g de la matière grasse du beurre préparée conformément aux indications figurant au point 3 ci-dessus.
- 4.2 Verser environ 50 ml de mélange d'alcool et d'éther, et y dissoudre la matière grasse du beurre.
- 4.3 Ajouter 1 ml de solution de phénolphtaléine.
- 4.4 Titrer avec une liqueur alcaline décimolaire jusqu'à coloration rose pâle.
- 4.5 Calculer l'acidité de la matière grasse du beurre par la formule suivante:

$$\text{Degré d'acidité} = \frac{n \cdot 100}{p}$$

dans laquelle: p = la quantité pesée en g de matière grasse du beurre

n = la quantité de liqueur alcaline utilisée, exprimée en ml de liqueur normale.

5. Différence maximum autorisée lors de déterminations parallèles:

0,2 degré d'acidité.

ANNEXE 4

METHODE NORMALISEE POUR LA DETERMINATION DE L'INDICE DE REFRACTION DE LA MATIERE GRASSE DU BEURRE

1 Définition de l'indice de réfraction

Par l'indice de réfraction de la matière grasse du beurre, on entend le quotient du sinus de l'angle d'incidence et du sinus de l'angle de réfraction de la lumière d'une longueur d'onde donnée (ligne D du spectre lumière du sodium).

2. Analyse

1) Appareils et Matériel

- 1.1 Réfractomètre universel avec un thermostat qui rende possible le contrôle de la température de la matière grasse à $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ près.,
- 1.2 Lumière du sodium; on peut aussi utiliser la lumière du jour si le réfractomètre utilisé possède un dispositif de compensation achromatique.

2) Préparation de l'échantillon

Pour extraire la matière grasse du beurre, fondre le beurre à $50-60^{\circ}\text{C}$, laisser reposer quelque temps dans l'obscurité, décanter et filtrer sur filtre sec. Pour la détermination de l'indice de réfraction, utiliser la matière grasse du beurre fondue, exempte d'eau, rendue limpide par filtrage et convenablement mélangée.

3) Mode opératoire

Pour obtenir des valeurs comparables, veiller à une température constante, à l'absence d'eau et d'éventuelles impuretés dans la matière grasse du beurre. Indiquer toujours l'indice de réfraction pour la ligne D de la lumière du sodium. Si l'on emploie une lumière d'une autre longueur d'onde, l'indiquer

Rapporter toujours l'indice de réfraction de la matière grasse du beurre à la température de référence de $40,0^{\circ}\text{C}$

Exécuter la détermination à une température de $40 \pm 1^{\circ}\text{C}$ pour la matière grasse.

- 3.1 Exécuter le montage du réfractomètre et de son dispositif de chauffage, ainsi que le réglage du réfractomètre, suivant le mode d'emploi de l'appareil.
 - 3.2 Placer la matière grasse du beurre, préparée comme indiqué au point 2 ci-dessus, entre les prismes du réfractomètre, de façon qu'elle occupe entièrement l'espace entre les prismes.
 - 3.3 Attendre jusqu'à température constante et faire la lecture à la limite entre les zones claire et sombre.
- 4) Différence maximum autorisée pour des déterminations parallèles: 0,0002 unité de l'indice de réfraction.

ANNEXE 4

METHODE NORMALISEE POUR LA DETERMINATION DE LA TENEUR EN MATIERE GRASSE DU LAIT EN POUDRE PAR LA METHODE GRAVIMETRIQUE DE ROSE-GOTTLIEB

I. Définition de la teneur on matière grasse

Par teneur en matière grasse du lait en poudre, il faut entendre la quantité totale de lipides et de substances lipoïdes, exprimée en pourcentage pondéral que l'on obtient lors de la détermination de la teneur en matière grasse du lait en poudre normal par la méthode de Röse-Gottlieb.

II. Analyse

1) Matériel et appareils

- 1.1 Balance analytique, sensibilité 0,1 mg.
- 1.2 Exsiccateur., ou exsiccateur à vide, garni d'un bon déshydratant (gel de silice ou. chlorure de calcium).
- 1.3 Etuve permettant d'obtenir une température constante jusqu'à 1 10°C, ou. étuve à vide.
- 1.4 Fioles d'Erlenmeyer ou ballons à fond plat, d'une capacité de 150-250 ml, si possible avec plage dépolie.
- 1.5 Corps facilitant l'ébullition, exempts de matière grasse, par exemple, grains de pierre ponce.
- 1.6 Tubes ou ballons d'extraction appropriés, avec bouchons hermétiques (liège ou émeri).

2. Réactifs

- 2.1 Solution d'ammoniaque à 25 pour cent (Densité 0,91 à 15°C), limpide, incolore.
- 2.2 Alcool éthylique, 96 vol pour cent (± 1 vol. pour cent).
- 2.3 Ether éthylique. point à'ébullition 34-35°C, exempt de peroxyde.
- 2.4 Ether de pétrole, point d'ébullition 40-60°C.

Au lieu d'alcool éthylique pur, on peut aussi employer de l'alcool éthylique dénaturé avec de l'alcool méthylique ou de l'essence de pétrole., et ne laissant pas de résidu.

Les réactifs utilisés: ne boivent laisser aucun résidu après évaporation.

Pourrie contrôle des réactifs: il. faut effectuer une analyse à blanc en suivant exactement le mode opératoire, sans poudre de lait. Il faut tenir compte de cet essai à blanc dans le calcul de l'analyse.

3. Préparation de l'échantillon

Il faut éviter l'absorption d'eau lors de la préparation de l'échantillon à analyser, Mélanger soigneusement la poudre de lait en transvasant l'échantillon dans un flacon d'une contenance double, et comportant un bouchon. Mélanger intimement par agitation et renversements successifs. Le flacon sera ouvert rapidement et rebouché aussitôt.

4. Mode opératoire

- 4.1 Peser exactement environ 1 g de poudre de lait entier, respectivement 1 5 g de poudre de lait écrémé dans l'appareil d'extraction,
- 4.2 Ajouter 10 ml d'eau en agitant et, si nécessaire, en chauffant légèrement jusqu'à dispersion totale de la poudre de lait.
- 4.3 Ajouter 1,5 ml de solution d'ammoniaque en chauffant au bain-marie de 60 à 70°C pendant 15 minutes et en agitant de temps en temps.
- 4.4 Refroidir et ajouter 10 ml d'alcool éthylique, fermer l'appareil d'extraction avec un bouchon de liège mouillé ou avec un bouchon-émeri et mélanger le contenu.
- 4.5 Ajouter 25 ml d'éther éthylique et, après fermeture du flacon, mélanger soigneusement le contenu par agitation vigoureuse et renversement, répétés pendant une minute.
- 4.6 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole, fermer l'appareil d'extraction, mélanger le contenu en l'agitant et en le renversant à plusieurs reprises.
- 4.7 Laisser reposer l'appareil d'extraction suffisamment long-temps (2 heures au moins) ou le centrifuger (au moins 5 minutes à 500-600 tours/minute) jusqu'à ce que la couche éther-éther de pétrole soit tout à fait limpide et complètement séparée de la couche aqueuse,
- 4.8 Transvaser aussi complètement que possible la couche éther-éther de pétrole, par décantation ou à l'aide d'un dispositif de siphonage (en ayant soin cependant de ne rien entraîner de la couche aqueuse), dans un Erlenmeyer ou un ballon à fond plat contenant un corps facilitant l'ébullition, séché et pesé-, puis rincer le bouchon de l'appareil d'extraction et le dispositif de siphonage avec quelques millilitres d'éther éthylique.
- 4.9 Répéter l'ext deuxième et une troisième fois, en utilisant chaque fois 50 ml d'un mélange à parties égales d'éther éthylique et d'éther de pétrole, et transvaser chaque fois dans le même ballon la couche d'éther -éther de pétrole devenue limpide après avoir été de nouveau abandonnée au repos ou centrifugée.
- 4.10 Exposer soigneusement les solvants contenus dans le "ballon.
- 4.11 Après l'évaporation des solvants résiduels., sécher la matière grasse soit à l'étuve à vide pendant une heure à 70-75°C (pression inférieure à 50 mm de mercure), soit à l'étuve à la pression ordinaire à 102 - 105°C. La dessiccation peut être accélérée si, après évaporation des solvants, les vapeurs encore, présentes dans le ballon sont éliminées avec précaution à l'aide d'une petite soufflerie à main, et le ballon placé horizontalement pour le séchage.
- 4.12 Laisser le ballon refroidir et le peser dès qu'il a atteint la température ambiante.
- 4.13 Poursuivre la dessiccation en pesant toutes les heures, jusqu'à poids constant (séchage à vide) ou jusqu'à ce que le poids augmente légèrement (séchage à la pression ordinaire). Dans ce dernier cas,

prendre pour le calcul la dernière valeur obtenue avant l'augmentation de poids.

Dans le cas où. cela serait jugé nécessaire, la matière grasse pourrait être reprise par l'éther de pétrole pour contrôler

METHODE NORMALISEE POUR LA DETERMINATION DE L'INDICE D'IODE DE LA
MATIERE GRASSE DU BEURRE D'APRES WIJS

1. Appareils et verrerie
 - 1.1 Une balance analytique, sensibilité 0,1 mg.
 - 1.2 Fiole d'Erlenmeyer avec bouchon émeri, capacité 300 - 500 ml.
 - 1.3 Burettes graduées avec divisions de 0,1 ml, contrôlées et agréées.
2. Réactifs
 - 2.1 Réactif de Wijs
 - 2.2 Tétrachlorure de carbone (CCL₄), inerte à la solution de Wijs
 - 2.3 Solution d'iodure de potassium à 10 pour cent, exempte d'iode et d'iodate
 - 2.4 Solution de thiosulfate de sodium 0,1 N
 - 2.5 Empois d'amidon

Préparation du réactif de Wijs et de l'empois d'amidon

Réactif de Wijs: Dissoudre environ 9 g de trichlorure d'iode dans 1000 ml. d'un mélange de 700 ml. d'acide acétique (99 - 100 pour cent de pureté) et 300 ml. de tétrachlorure de carbone, l'un et l'autre exempts de substances oxydables.

Déterminer la concentration en halogène de la manière suivantes verser au moyen d'une burette 5 ml de la solution dans une fiole, y ajouter 5 ml de la solution d'iodure de potassium à 10 pour cent et 30 ml d'eau, et titrer avec la solution de thiosulfate de sodium 0,1 N en présence d'empois d'amidon comme indicateur. N'ajouter l'empois d'amidon que peu de temps avant la fin du titrage.

Après détermination du taux d'halogène de la solution de trichlorure d'iode, ajouter 10 g d'iode pulvérisé et agiter jusqu'à dissolution d'une quantité suffisante d'iode pour que la teneur en halogène, déterminée de la même manière, ait atteint au moins une fois et demie la valeur de la première détermination. Filtrer ou décanter le liquide clair et étendre avec une quantité suffisante du mélange acide acétique-tétrachlorure pour que 5 ml de la solution équivalent à 10 ml de thiosulfate de sodium 0,1 N. Conserver la solution à l'obscurité dans un flacon de verre brun fermé hermétiquement.

Empois d'amidon: Mélanger 5 g d'amidon soluble et 10 mg d'iodure de mercure (iodure mercurique) dans 30 ml d'eau transvaser le mélange dans 1000 ml d'eau bouillante et laisser bouillir pendant 3 minutes.

3. Préparation de l'échantillon

Pour obtenir un échantillon de la matière grasse du beurre, faire fondre celui-ci entre 50 et 60° C, laisser reposer quelque temps à l'obscurité, décanter et filtrer à travers un filtre sec. Utiliser pour la détermination de l'indice d'iode la matière grasse du beurre fondue, filtrée, limpide et bien mélangée.
4. Mode opératoire.
 - 4.1 Dans la fiole d'Erlenmeyer propre et sèche, peser exactement de 0,4 à 0,45 g de matière grasse limpide.

- 4.2 Dissoudre la matière grasse dans 15 ml de tétrachlorure de carbone et verser au moyen d'une burette 25 ml exactement mesurées de réactif de Wijs.
- 4.3 Boucher la fiole, mélanger soigneusement et laisser au repos à l'obscurité pendant une heure.
- 4.4 Ajouter alors 20 ml de la solution d'iodure de potassium et environ 150 ml d'eau; mélanger.
- 4.5 Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium 0,1 N (utiliser comme indicateur 2 ml d'empois d'amidon) en agitant constamment. Ajouter l'empois d'amidon peu de temps avant la fin du titrage.
- 4.6 Faire un essai à blanc avec les mêmes quantités de réactifs.
- 4.7 Calculer l'indice d'iode au moyen de la formule suivantes

$$\text{Indice d'iode} = 1,269 \frac{a - b}{p}$$

où:

- a = nombre de ml de la solution de thiosulfate de sodium 0, 1 N utilisés pour l'essai à blanc,
 - b = nombre de ml de la solution de thiosulfate de sodium 0,1 N utilisés pour l'essai (titrage) de la matière grasse du beurre,
 - p = nombre de grammes de matière grasse de beurre utilisés pour la conduite de l'analyse.
5. Les résultats de deux déterminations parallèles ne doivent pas différer de plus de 0,4.

METHODE NORMALISEE POUR LA DETERMINATION DE LA MATIERE GRASSE
DANS LE FROMAGE ET LE FROMAGE FONDU PAR LA METHODE SCHMID-
BONDZYINSKI-RATZLAFF (S.B.R.)

I. Définition de la teneur en matière grasse

Par teneur en matière grasse, il faut entendre la quantité totale de lipides et de substances lipoprotéiques, exprimée en pourcentage pondéral, obtenue par la méthode Schmid-Bondzynski.

II. Analyse

1. Appareils et matières auxiliaires

- 1.1 Balance analytique, sensibilité 0,1 mg.
- 1.2 Exsiccateur, ou exsiccateur à vide, garni d'un déshydratant efficace (gel de silice ou chlorure de calcium).
- 1.3 Etuve permettant d'obtenir une température constante jusqu'à 110°C, ou étuve à vide.
- 1.4 Fioles d'Erlenmeyer ou ballons à fond plat, d'une capacité de 150-250 ml, avec plage dépolie.
- 1.5 Bain-marie avec support.
- 1.6 Corps facilitant l'ébullition, exempts de matière grasse, par exemple grains de pierre ponce.
- 1.7 Feuilles en matière plastique, non laquées, solubles dans l'acide chlorhydrique, épaisseur 0,03 - 0,05 mm; dimensions 5,0 x 7,5 cm environ. Les feuilles de plastique ne doivent pas influencer le résultat de l'analyse.
- 1.8 Tubes ou ballons d'extraction appropriés, avec bouchons hermétiques (liège ou émeri).

2. Réactifs

- 2.1 Acide chlorhydrique à 25 pour cent environ (densité 1,125 à 15°C).
- 2.2 Alcool éthylique à 96 volumes pour cent (+1 vol. pour cent).
- 2.3 Ether éthylique, point d'ébullition 34-35 C, exempt de peroxyde.
- 2.4 Ether de pétrole, point d'ébullition 40-60°C.

Au lieu d'alcool éthylique pur, on peut aussi employer de l'alcool éthylique dénaturé, avec de l'alcool méthylique ou de l'essence de pétrole, et ne laissant pas de résidu.

Les réactifs utilisés ne doivent laisser aucun résidu après évaporation.

Pour le contrôle des réactifs, il faut effectuer une analyse à blanc en suivant exactement le mode opératoire. Il faut tenir compte de cet essai à blanc dans le calcul des résultats de l'analyse.

3. Prélèvement et préparation de l'échantillon

3.1 Prélèvement de l'échantillon:

(Voir "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers").

3.2 Préparation de l'échantillon::

Avant l'analyse, la croûte ou la surface moisie ou glaireuse du fromage doit être retirée de façon à disposer d'un échantillon représentatif du fromage tel qu'il est habituellement consommé. L'échantillon doit alors être broyé à l'aide d'un moulin "broyeur (Wolf) ou de tout autre appareil approprié et entièrement mélangé. L'échantillon ainsi préparé doit être conservé dans un récipient parfaitement étanche jusqu'à l'analyse qui doit être effectuée le même jour.

4. Mode opératoire

- 4.1 Peser exactement environ 3 g de l'échantillon de fromage préparé, soit directement dans le tube d'extraction, soit sur une feuille de matière plastique que l'on plie et que l'on introduit dans l'appareil d'extraction.
- 4.2 Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique, et chauffer en plaçant l'appareil d'extraction dans un bain-marie bouillant, en agitant légèrement jusqu'à complète dissolution du fromage.
- 4.3 Laisser reposer l'appareil d'extraction pendant 20 minutes dans le bain-marie bouillant, et le refroidir ensuite à l'eau courante.
- 4.4 Ajouter 10 ml d'alcool éthylique, fermer l'appareil d'extraction avec un bouchon de liège humide ou avec un bouchon à l'émeri, et mélanger le contenu avec soin.
- 4.5 Ajouter 25 ml d'éther éthylique et, après avoir fermé l'appareil d'extraction, mélanger le contenu en le secouant fortement et en le renversant à plusieurs reprises pendant une minute.
- 4.6 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole, fermer l'appareil d'extraction et mélanger le contenu en le secouant et en le renversant à plusieurs reprises.
- 4.7 Laisser reposer l'appareil d'extraction (pendant 2 heures au moins), ou le centrifuger (au moins 5 minutes à 500/600 tours/minute), jusqu'à ce que la couche éther-éther de pétrole soit tout à fait limpide et complètement séparée de la couche aqueuse.
- 4.8 Transvaser aussi complètement que possible la couche éther-éther de pétrole, par décantation ou à l'aide d'un dispositif de siphonnage, en ayant soin, cependant, de ne rien entraîner de la couche aqueuse, dans un Erlenmeyer ou un ballon à fond plat, contenant un corps facilitant l'ébullition, séché et pesé; puis, rincer le bouchon de l'appareil d'extraction et le dispositif de siphonnage avec quelques millilitres d'éther éthylique.
- 4.9 Répéter l'extraction une deuxième et une troisième fois, en utilisant chaque fois 50 ml d'un mélange à parties égales d'éther éthylique et d'éther de pétrole, et transvaser chaque fois dans le même ballon la couche éther-éther de pétrole, devenue limpide après avoir été de nouveau abandonnée au repos ou centrifugée.

- 4.10 Evaporer soigneusement les solvants contenus dans le ballon.
- 4.11 Après l'évaporation des solvants résiduels, sécher la matière grasse soit à l'étuve à vide pendant 1 heure à 70-750 g (pression inférieure à 50 mm de mercure), soit à l'étuve à la pression ordinaire à 102 - 105°C.

La dessiccation peut être accélérée si, après évaporation des solvants, les vapeurs encore présentes dans le ballon sont éliminées avec précaution à l'aide d'une soufflerie à main, et le ballon placé horizontalement pour le séchage.

- 4.12 Laisser le ballon refroidir, et le peser des qu'il a atteint la température ambiante.
- 4.13 Poursuivre la dessiccation, on pesant toutes les heures, jusqu'à poids constant (séchage sous vide), ou jusqu'à ce que le poids augmente légèrement (séchage à la pression ordinaire). Dans ce dernier cas, prendre pour le calcul la dernière valeur obtenue avant l'augmentation du poids.

Si l'analyse du fromage ne se fait pas dans un tube d'extraction, mais dans un ballon d'extraction (p. ex. ballon-siphon de Eichloff-Grimmer), procéder comme suits.

- 4.14 Poser, à 1 mg près, environ 3 g de l'échantillon de fromage préparé dans un Erlenmeyer de 100 ml.
- 4.15 Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique et chauffer prudemment à la flamme, on agitant légèrement jusqu'à complète dissolution du fromage.
- 4.16 Laisser reposer l'Erlenmeyer pendant 20 minutes dans un bain-marie bouillant, et le refroidir ensuite à l'eau courante.
- 4.17 Transvaser le contenu de l'Erlenmeyer dans le ballon d'extraction.
- 4.18 Rincer l'Erlenmeyer successivement avec 10 ml d'alcool éthylique, 25 ml d'éther éthylique et 25 ml d'éther de pétrole, et verser chaque fois le solvant dans le ballon d'extraction. Après chaque addition,, procéder comme indiqué plus haut sous les nos 4.4 à 4.6.

Le traitement ultérieur de l'échantillon s'effectue comme il a été indiqué dans le cas du tube d'extraction. La couche éthérée contenant la matière grasse est siphonnée à l'aide d'un dispositif de siphonnage à pression.

Dans le cas où cela serait jugé nécessaire, la matière grasse peut être reprise par l'éther de pétrole pour contrôler le résultat de l'analyse.

5 Précision de la méthode

Matière grasse pour cent $\pm 0,1$ pour cent.

Les rapports des réunions précédentes sur l'emploi des dénominations; les définitions et les normes applicables au lait et aux produits laitiers ont été publiés comme suit:

Rapport de la réunion d'experts gouvernementaux sur l'emploi des dénominations, les définitions et les normes applicables au lait et aux produits laitiers. Rome (Italie), 8 au 12 septembre 1958. En français, anglais et espagnol (Rapport de réunion N° 1958/15).

Rapport de la deuxième réunion d'experts gouvernementaux sur l'emploi des dénominations, les définitions et les normes applicables au lait et aux produits laitiers. Rome (Italie), 13 au 17 avril 1959. En français, anglais et espagnol (Rapport de réunion N° 1959/AN-2).