

RAPPORT DE LA

Tenue à Rome (Italie)
du 2 au 6 avril 1962

CINQUIÈME SESSION DU COMITÉ
D'EXPERTS GOUVERNEMENTAUX
SUR LE CODE DE PRINCIPES
CONCERNANT LE LAIT ET LES
PRODUITS LAITIERS



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

RAPPORT DE LA
CINQUIEME SESSION DU COMITE D'EXPERTS GOUVERNEMENTAUX
SUR LE
CODE DE PRINCIPES
CONCERNANT LE LAIT ET LAS PRODUITS LAITIERS

Tenue à
Rome, Italie
2-6 avril 1962

Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture Juin 1962
Rome, Italie

TABLE DES MATIERES

	<u>Page</u>
LISTE DES PARTICIPANTS	i
BUREAU DE LA SESSION ET SOUS-COMITES	ix
RESUME DES DEBATS ET PROPOSITIONS DU COMITE	1
RESUME DES RECOMMANDATIONS	11
<u>NORME ADOPTEE PAR LE COMITE ET SOUMISE AUX GOUVERNEMENTS POUR ACCEPTATION</u>	
ANNEXE A - Norme No. B.1 (1962) - (Partie)	
Norme pour le prélèvement d'échantillons de fromage	13
ANNEXE B - Norme No. A.6 (1962)	
Norme générale pour le fromage	16
ANNEXE C - Norme ayant fait l'objet d'un examen préliminaire par le Comité dans l'attente des commentaires détaillés à recevoir des gouvernements.	
Méthode normalisée pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait liquide normal d'après Röse-Gottlieb	19
ANNEXE D - Norme ayant fait l'objet d'un examen préliminaire par le Comité dans l'attente des commentaires détaillés à recevoir des gouvernements.	
Détermination de la teneur en matière sèche du fromage	23
ANNEXE E - Norme ayant fait l'objet d'un examen préliminaire par le Comité dans l'attente des commentaires détaillés à recevoir des gouvernements.	
Méthode normalisée pour la détermination de la teneur en eau du beurre	25
ANNEXE F - Norme ayant fait l'objet d'un examen préliminaire par le Comité dans l'attente des commentaires détaillés à recevoir des gouvernements.	
Méthode normalisée pour la détermination de la teneur en sel du beurre.	27
ANNEXE G - Norme ayant fait l'objet d'un examen préliminaire par le Comité dans l'attente des commentaires détaillés à recevoir des gouvernements.	
Méthode normalisée pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait concentré sucre et non sucre d'après Röse-Gottlieb.	29

LISTE DES PARTICIPANTS

DELEGUES

AUSTRALIE

M. Joseph R. BROWN
Senior Dairy Produce Inspector
Department of Primary Industry
c/o Australian High Commissioner
Australia House
The Strand
London (Royaume-Uni)

AUTRICHE

Dipl. Ing. K.H. RAUSCHER
Bundosministerium für Land und, Forstwirtschaft
Leiter der Abteilung Milchwirtschaft
Stubenring 1
Vienna 1 (Autriche)

BELGIQUE

M. P.R.V. JAMOTTE
(Expert)
Station Laitière d'Etat
Gombloux (Belgique)

M. J. SERVAIS
Directeur
Ministère de l'Agriculture
3 rue du Méridien
Bruxelles (Belgique)

DANEMARK

M. P. KOCK HENRIKSEN
Director
Fédération of Danish Dairy Associations
Mejerikontoret
Aarhus (Danemark)

M. K.P. ANDERSEN
Government Institute for Research
in Dairy Industry
Hillerød (Danemark)

M. H. METZ
Director
Government Control of Dairy Products
Christians Brygge 22
Copenhagen K (Danemark)

M. C. VALENTIN HANSEN
Attaché Agricole
Ambassade du Danemark
Viale del Policlinico 129A
Rome (Italie)

ESPAGNE

M. G. ESCARDO PEINADOR
Ingénieur Agronome
Ambassade d'Espagne en Italie
Via Lima 23
Rome (Italie)

ETATS-UNIS D'AMERIQUE

M. Santiago MATALLANA VENTURA
Secrétaire du Comité Espagnol de la Fédération
Internationale de Laiterie
Conde Valle Suchil 10
Madrid (Espagne)

Dr. W. HORWITZ
(Conseiller)
Chief, Food Research Branch
Food and Drug Administration
Washington 25 D.C, (Etats-Unis d'Amérique)

M. H.E. MEISTER
(Délégué)
Chief, Inspection and Grading Branch
Dairy Division
Agricultural Marketing Service
United States Department of Agriculture
Washington 25 D.C. (Etats-Unis d'Amérique)

M. D.R. STROBEL
(Délégué suppléant)
Deputy Director
Dairy and Poultry Division
Foreign Agricultural Service
United States Department of Agriculture
Washington. 25 D.C. (Etats-Unis d'Amérique)

FRANCE

M. A. DESEZ
Inspecteur divisionnaire de la Répression des
Fraudes
Ministère de l'Agriculture
42 bis, rue de Bourgogne
Paris (7e)
(France)

INDE

M. KRISHAN MAHARAJ
Attaché Agricole
Ambassade de l'Inde
Via F. Denza 36
Rome (Italie)

ITALIE

Prof. Scipione ANSELMINI
Istituto Superiore di Sanità
Viale Regina Elena 299
Rome (Italie)

M. Rodolfo BARBATO
Confederazione Generale Agricola Italiana
101 Corso Viterbio
Rome (Italie)

M. Giovanni ELISEO
Chef des Services du Commerce Extérieur
Via Muzio Clementi 70
Rome (Italie)

Dr. Guido MARZANO
Directeur de Division
Ministero Agricoltura e Foreste
Via XX Settembre
Rome (Italie)

Dr. Giovanni MENAPACE
Via Curtatone 3
Rome (Italie)

M. Antonio MASUTTI
Directeur
Assolatte
Via Muzio Clemente 70
Rome (Italie)

Dr. Giacomo PITTONI
Via di Santa Costanza 7
Rome (Italie)

M, Vincenzo SEPE
Ministero de Agriculture e Foroste
Via. XX Settembre
Rome (Italie)

Dr. Francesca ZAFARAMA
Comité FAO
c/o Ministère de l'Agriculture
Via XX Settembre
Rome (Italie)

JAPON

M. N. FUJII
Technical Official of Ministry of Agriculture
Livestock Bureau
Ministry of Agriculture and Forestry
Tokyo (Japon)

M. Rynichi IWASHITA
1er Secrétaire, Ambassade du Japon
Via Barnaba Oriani 46
Rome (Italie)

LUXEMBOURG

M. Norbert WILTGEN
Ingénieur Chimiste
Station de Chimie Agricole-de l'Etat
Ettelbruck (Luxembourg)

NICARAGUA

M. Eduardo ARGUELLO CERVANTES
Ambassadeur
Ambassade du Nicaragua
Rome (Italie)

NORVEGE

Prof. Rasmus MORK
Vollebekk
(Norvège)

NOUVELLE-ZELANDE	M. J.J. WALKER Inspector of Dairy Products St. Olaf House Tooloy Street London S.E.1. (Royaumo-Uni)
PAKISTAN	M. Nazir AHMED Attaché Agricole Ambassade du Pakistan Lungotevere delle Armi 22 Rome (Italie)
PAYS-BAS	M. Th. C.J.M. RIJSSENBEEK Directeur do l'Elevage et de l'Industrie Laitière Ministère de l'Agriculture La Yaye (Pays-Bas) Dr. C. SCHIERE Directeur de l'Institut pour le contrôle du lait et dos produits laitiers 56 L.V. Neardervoort La Haye (Pays-Bas) Dr. J.G. VAN GINKEL Directeur de la Station Laitière Gouvernementale Leiden (Pays-Bas) M. H.P.H. RADIER Secrétaire, Bureau de la Commercialisation Laitière Hoenstraat 5 La Haye (Pays-Bas) M. G. HIBMA Secrétaire, Centrale Zuivelcommissie Jan Van Nassaustraat 85 La Haye (Pays-Bas)
POLOGNE	M. Mieczyslaw GLODZ Vice-Président Association dos Coopératives Laitières Hoza 66/68 Varsovie (Pologne) Dr. Imbs BOGUSLAW Département de Technologie Laitière Ecole d'Agriculture Olstyn (Pologne)
REPUBLIQUE FEDERALE D'ALLEMAGNE	Dr. H.H. BOYSEN Chef do la Division laitière Ministerium für Ernährung Landwirtschaft und Forston dos Landes Schleswig-Holstein Düsternbrookerweg (24) Kiel (République Fédérale d'Allemagne)

ROYAUME-UNI

M. Waldemar GODBERSEN
Bundesministerium für Ernährung und
Landwirtschaft
Bonn (République Fédérale d'Allemagne)

M. L.C.J. BRETT
114 Reigate Road
Ewell
Surrey (Royaume-Uni)

M. E. CAPSTICK
34 Palace Court
London W. 2. (Royaume-Uni)

M. J.H.V. DAVIES
Principal, Food Standards Division
Ministry of Agriculture, Fisheries and Food
Great Westminster House
Horseferry Road
London S.W.1. (Royaume-Uni)

M. F.C. WHITE
Principal, Milk Products and Welfare Foods
Branch
Ministry of agriculture, Fisheries and Food
Great Westminster House
Horseferry Road
London S.W.1. (Royaume-Uni)

SUEDE

M. Waldemar LJUNG
Directeur, Svenska Mejeriernas
Riksförening Postfach
Stockholm (Suède)

SUISSE

Dr. E. ACKERMANN
Monbijoustrasse 36
Borne (Suisse)

M. J. BURKHALTER
ingénieur- Agronome
Wabersackerstrasse 37a
Liebefold-Berne (Suisse)

Dr. F.BORGEAUD
A.F.I.C.O., S.A.
Tour de Peilz
Vaud (Suisse)

M. O. LANGHARD
Directeur de l'Union Suisse du Commerce de
Fromage
Monbijoustrasse 128
Berne (Suisse)

ARGENTINE

M. V.C. BRUNINI
Ambassade de la République Argentine
Rome (Italie)

	Dra. R. HUERIN Instituto do Racionalización de Materiales J.R.A.M. Via Chile 1902, Buenos Aires (Argentine)
EQUATEUR	M. H. GUARDERAS Ambassade de l'Equateur Via Barnaba Tertelini 36/A Rome (Italie)
SENEGAL	Mme. BASSE Ambassade du Sénégal 299 Via Nomentana Rome (Italie)
COMITE EUROPEEN DE CONTROLE LAITIER BEURRIER	Dr. K. KALLAY Secrétaire Général Corso Trieste 67 Rome (Italie)
CONSEIL PERMANENT DE LA CONVENTION DE STRESA	Dr. Francesca ZAFARANA Comité National de la FAO c/o Ministère de l'Agriculture Via XX Settembre Rome (Italie)
DAIRY SOCIETY INTERNATIONAL	Mr. W.P. CROCKER c/o The Nestlé Company Ltd. St. George's House Wood Street London E.C.2. (Royaume-Uni)
FEDERATION EUROPEENNE DE ZOOTECNIE	Dr. K. KALLAY Secrétaire Général Corso Trieste 67 Rome (Italie)
FEDERATION INTERNATIONALE DE LAITERIE (FIL)	Prof. A.M. GUERALT Président 10 rue Ortélius Bruxelles 4 (Belgique)
FEDERATION INTERNATIONALE DES ASSOCIATIONS DE LA MARGARINE	M. M.E.J. HIJMANS Secrétaire Général Raamweg 44 La Haye (Pays-Bas)
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION (ISO) (TC/34 SC/5)	Dr. J.G. VAN GINKEL Directeur de la Station Laitière Gouvernementale Leiden (Pays-Bas)
<u>PERSONNEL DE LA FAO</u>	Dr. K.V.L. KESTEVEN Directeur de la Division de la Production et de la Santé Animales Dr. Hans PEDERSEN Chef de la Sous-Division du Lait Division de la Production et de la Santé Animales

M. E. LANCELOT
Spécialiste des Questions Laitières
Sous-Division du Lait
Division de la Production et de la Santé Animales

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

BUREAU DE LA SESSION ET SOUS-COMITES

Le bureau de la session a été ainsi constitué

PRESIDENT : M. H.E. MEISTER (Etats-Unis d'Amérique)

VICE-PRESIDENT: Dr. W. LJUNG (Suède)

Sous-Comité A des Normes pour les Produits:

PRESIDENT : M. F.C. MITE (Royaume-Uni)

Sous-Comité B des Méthodes de prélèvement d'échantillons et d'analyses :

PRESIDENT : Dr. P. BORGEAUD (Suisse)

RESUME DES DEBATS ET PROPOSITIONS DU COMITE

1. Lors de sa cinquième session, en avril 1962, le Comité a examiné les communications reçues des 35 pays énumérés ci-dessous, en réponse aux demandes formulées au paragraphe 21 du rapport de sa quatrième sessions
 - Allemagne (République fédérale d')
 - Australie
 - Autriche
 - Belgique
 - Cambodge
 - Canada
 - Chili
 - Danemark
 - Espagne
 - Etats-Unis d'Amérique
 - Iles Fidji
 - Finlande
 - France
 - Ghana
 - Guyane Britannique
 - Hong-Kong -
 - Irlande
 - Japon
 - Kenya
 - République Malgache
 - Norvège
 - Nouvelle-Zélande
 - Pakistan
 - Pays-Bas
 - Pologne
 - Rhodésie et Nyassaland
 - Royaume-Uni
 - Suède
 - Suisse
 - République Arabe Syrienne
 - Tanganyika
 - Thaïlande
 - République Arabe Unie
 - Viet-Nam
 - Zanzibar
2. Le Comité a pris acte également des nouvelles acceptations du Code notifiées par les pays suivants:
 - République Argentine
 - Guyane Britannique
 - Kenya
 - Nopal
 - République Arabe Syrienne.

Lo nombre des pays acceptant le Code est ainsi porté à 50.

Le Gouvernement des Etats-Unis d'Amérique a fait connaître que 34 Etats de l'Union avaient accepté le Code et qu'il n'y avait en aucune réponse négative.

En outre, le Gouvernement du Birmanie a notifié son acceptation du Code. La Birmanie passe, dans ces conditions, du Groupe IV d'acceptations au Groupe III. Des détails complets concernant toutes les acceptations figureront dans la troisième édition du Code de Principes qui formera une partie séparée du présent rapport.

3. A sa quatrième session (Rapport, paragraphe 5), le Comité avait prié le Secrétariat de solliciter des pays participants les renseignements complémentaires qui pourraient paraître devoir lui être présentés. Il l'avait prié également de poursuivre son action en vue d'obtenir une acceptation plus générale du Code. Le Comité a noté avec satisfaction que le Secrétariat s'est employé activement à atteindre ces résultats et que l'on attend de nouvelles acceptations outre les cinq qui ont déjà été officiellement communiquées et dont il est fait état au paragraphe 2 ci-dessus. Le Secrétariat avait été également prié de diffuser aux gouvernements

toutes les observations qui pourraient être reçues concernant l'application du Code dans la pratique. Le Comité a approuvé l'action entreprise à cet égard par le Secrétariat et l'a prié de continuer à agir dans le même sens et de faire rapport sur ce point à la prochaine session du Comité. Ainsi, suivant l'avis du Comité, le Code de Principes deviendra un instrument toujours plus efficace au service de l'industrie laitière mondiale.

4. Le Comité a envisagé en particulier la possibilité d'obtenir l'acceptation du Code par le seul et unique gouvernement qui ait fait savoir qu'il n'était actuellement pas en mesure de l'accepter. Le Comité a prié, en conséquence, le Secrétariat de faire valoir à ce gouvernement l'intérêt qui s'attache pour lui à accepter le Code et à s'associer aux 50 autres pays qui l'ont déjà fait. De cette manière l'acceptation du Code serait unanime dans le monde entier.
5. Le Comité a noté que 19 gouvernements ont accepté la Norme No. 5 (Laits en poudre). Cette Norme peut donc être considérée comme adoptée et elle sera publiée dans la troisième édition du Code de Principes, avec l'énoncé éventuel des dispositions nationales plus strictes auxquels est soumis le produit en question. Le Comité a noté avec une satisfaction particulière que plusieurs gouvernements ont annoncé au cours de la cinquième session qu'ils ont déjà amendé ou vont prochainement amender, la législation nationale pour la rendre conforme à cette norme.
6. Le Comité a noté que 20 gouvernements ont accepté la Norme Ho. 01 (Méthodes de prélèvement d'échantillons) et que 8 autres gouvernements ont décidé de l'étudier dans un esprit favorable. Ainsi, on peut considérer la norme comme adoptée à l'exception de la section relative au prélèvement des échantillons de fromage et elle sera publiée dans la troisième édition du Code de Principes. Pour ce qui est de la section concernant le prélèvement des échantillons de fromages, le Comité a examiné le projet soumis par la Fédération Internationale de Laiterie (FIL) (Norme FIL-IDF-2 : 1958), compte tenu des commentaires reçus de l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO). Un texte révisé a été établi et va être soumis aux gouvernements pour acceptation. Le texte figure à l'Annexe A au présent rapport.
7. Le Comité a pris note de ce que les normes suivantes ont été acceptées par le nombre de gouvernements indiqué entre parenthèses au regard de chacune d'elles:

<u>Norme No. 02</u>	<u>Méthode normalisée pour la détermination de la teneur en matière grasse-du lait en poudre d'après Röse-Gottlieb</u>	(20)
<u>Norme No. 03</u>	<u>Méthode normalisée pour la détermination de la teneur en matière grasse du fromage d'après Schmid-Bondzynski-Ratzlaff</u>	(20)
<u>Norme No. 04</u>	<u>Méthode normalisée pour la détermination de l'acidité de la matière grasse du beurre</u>	(19)
<u>Norme No. 05</u>	<u>Méthode normalisée pour la détermination de l'indice d'iode de la matière grasse du beurre</u>	(20)

Ces normes peuvent donc être considérées comme adoptées et seront publiées dans la troisième édition du Code de Principes, sous réserve du changement dans la numérotation comme il est dit au paragraphe 16 ci-dessous.

8. Bien que le Comité ait, pris acte de ce que 19 gouvernements ont accepté la Norme No. 06 (Méthode normalisée pour la détermination de l'indice d'iode de la matière grasse du beurre d'après Wijs), la publication en sera différée jusqu'à la prochaine session, étant donné que des méthodes normalisées applicables à l'ensemble des huiles et graisses sont actuellement en cours d'examen par l'Union Internationale de Chimie pure et appliquée. Des renseignements de la part de cette Organisation devraient être à la disposition du Comité à sa prochaine session.
9. Afin que la présentation de toutes les méthodes normalisées d'analyse publiées dans le cadre du Code soit conforme au modèle de l'ISO, le Comité a prié la Fédération Internationale de Laiterie, conjointement avec l'ISO, de soumettre, avant la sixième session du Comité, une version révisée des normes déjà adoptées, qui puisse être publiée dans la quatrième édition du Code en 1963; il l'a priée de soumettre également une version révisée des projets de normes soumis à l'examen préliminaire du Comité (voir paragraphe 11 ci-dessous). Le Comité croit savoir qu'à l'avenir tous les projets de méthodes d'analyse soumis à son examen seront présentés de cette manière.
10. Le Comité a discuté en détails le projet de norme concernant les fromages, figurant à l'Annexe H au rapport de sa quatrième session, à la lumière des commentaires reçus de divers gouvernements et de la Fédération Internationale de Laiterie. Le Comité a adopté la Norme No. 6 s Norme générale concernant les fromages figurant à l'Annexe B, et qui est maintenant soumis aux gouvernements pour acceptation, ainsi que les commentaires suivants :-
 - a) Les délégations danoise et suédoise ont cependant exprimé leur souci concernant la possibilité pour les consommateurs d'être trompés lorsque des fromages de faible teneur en matière grasse seraient exempts de l'obligation du marquage de cette teneur en matière grasse en application du paragraphe 1.4.2
 - b) Cette norme générale prévoit l'établissement de normes individuelles pour les principaux types de fromage entrant dans le commerce international. Le Sous-Comité a été parfaitement conscient de ce qu'un certain délai serait nécessaire avant que ces normes puissent être élaborées, mais il a attiré l'attention sur le fait que la norme générale telle qu'elle est maintenant adoptée était pleinement valable même si certaines de ses dispositions devaient cesser de s'appliquer quand, par la suite, des normes individuelles seront mises en vigueur.
 - c) Le Comité a attiré l'attention sur le fait que le paragraphe 1.4.3 de la norme générale ne préjuge pas de ce que sera la teneur minimum en matière grasse des fromages "gras" pour lesquels une norme internationale pourrait être établie dans l'avenir, dans le cadre du Code de Principes.
 - d) La délégation italienne a proposé qu'une autre exception soit mentionnée au paragraphe 1.4.2 en ce qui concerne les fromages tels que le "Parmigiano Reggiano", le "Grana Padano", le "Pecorino Romano", "l'Asiago", le "Montasio", qui sont couverts par la législation italienne stipulant leurs méthodes de fabrication ainsi que leurs normes de composition et de présentation.

- e) Le Comité a estimé que pour l'établissement des normes internationales individuelles pour les différents types de fromages il y aurait lieu de procéder de la manière suivantes un pays produisant un type de fromage entrant dans le commerce international pourrait soumettre un projet de norme internationale de composition à la FAO. En même temps, le gouvernement intéressé adresserait une copie de ce projet à toutes les délégations qui étaient présentes à la dernière session du Comité (voir paragraphe 18, ci-dessous). La FIL serait tenue informée, par la FAO et serait invitée à lui faire connaître ses observations sur le projet. Le Comité d'Experts gouvernementaux examinerait alors le projet de norme, accompagné des commentaires des Gouvernements et de la FIL. Conformément à la procédure suivie normalement par le Comité, toutes ces normes adoptées par lui seraient soumises aux gouvernements pour acceptation, avant leur publication dans le cadre du Code.
- f) Dans le but de rendre le travail plus rapide à sa prochaine session, le Comité a, en outre, recommandé que soient transmises à la FIL toutes les informations concernant leurs normes nationales pour les fromages, qui ont été fournies par les gouvernements avec leurs commentaires sur le rapport de la Quatrième Session. La FIL serait priée de fournir aussitôt que possible les propositions au Comité surs
- 1) les exigences fondamentales concernant la composition et les autres caractéristiques qui devraient être comprises dans les normes internationales individuelles pour les fromages.
 - 2) les critères à utiliser par le Comité pour l'examen des requêtes formulées par les gouvernements en vue de l'établissement de ces normes internationales,
- g) Enfin, il devrait être demandé aux gouvernements, en même temps qu'ils présenteront leurs observations sur les normes générales concernant le fromage figurant à l'Annexe B, d'indiquer quelles seraient leurs propositions concernant les types de fromages déjà couverts par des normes nationales et qui pourraient faire l'objet de normes internationales individuelles.

11. Le Comité a procédé à un examen préliminaire des projets de normes suivants présentés par la FIL:-

- FIL-IDF-1	1955	Détermination de la teneur en matière grasse dans le lait liquide normal d'après Röso-Gottlieb.
- FIL-IDF-4	1958	Détermination de la teneur en matière sèche du fromage.
- FIL-IDF-10	1960	Détermination de la teneur en eau du beurre.
- FIL-IDF-12	1960	Détermination de la teneur en sel du beurre.
- FIL-IDF-13	1960	Détermination de la teneur en matière grasse du lait concentré sucré et non sucré d'après Röse-Gottlieb,

A la suite des discussions qui ont eu lieu pendant la session et compte tenu des commentaires reçus de l'ISO, le Comité a apporté un certain nombre de modifications aux textes de la FIL. Les projets de normes figurant aux Annexes C, D,

E, F et G au présent rapport sont maintenant soumises aux gouvernements en leur demandant de fournir leurs commentaires détaillés.

Le Comité a demandé aux gouvernements de considérer avec une attention particulière les points suivants:

Norme IDF No. 4 - 1958 - Détermination de la teneur en matière sèche du fromage

- 1 - L'emploi d'un exsiccateur est-il jugé nécessaire?
- 2 - L'emploi de sable est-il jugé nécessaire?
- 3 - Une description complète du mode de préparation de l'échantillon est nécessaire.
- 4 - Emploi d'une étuve à dessiccation à l'air ou d'une étuve à dessiccation sous vide.
- 5 - Détails des méthodes de dessiccation employées ou recommandées.

Norme IDF No. 10 - 1960 - Détermination de la teneur en eau du beurre

- 1 - L'emploi d'un exsiccateur est-il jugé nécessaire?
- 2 - L'emploi de pierre ponce est-il jugé nécessaire?
- 3 - Mode de préparation de l'échantillon.

Norme IDF No. 12 - 1960 - Détermination de la teneur en sel du beurre

- 1 - Emploi de l'acide nitrique pour la destruction des matières azotées,
- 2 - Emploi d'un indicateur autre que le chromate.
- 3 - Température de titration.

Si d'autres commentaires sont reçus de l'ISO ils seront communiqués aux gouvernements par le Secrétariat.

12. La question du lait écrémé auquel a été ajoutée de la graisse végétale a été discutée à nouveau (voir le rapport de la quatrième session, paragraphe.4). Le cas, en litige, était de décider si des dénominations commerciales ou des marques établies pour le lait ou les produits laitiers pouvaient ou non être utilisées pour des produits dans lesquels la matière grasse provenant du lait a été remplacée par d'autres graisses. Le Comité a estimé que cette question devait être inscrite à l'ordre du jour de la prochaine session et il a de plus insisté auprès des gouvernements pour qu'ils fournissent des commentaires détaillés sur le problème considéré sous tous ses aspects.
13. (a) Le Comité a reçu du Président de la FIL un nouvel exposé annuel des détails sur le travail accompli par la Fédération en vue de la préparation de normes de base sur l'hygiène du lait. Le Comité a noté à nouveau les progrès accomplis et a demandé qu'un nouvel exposé lui soit fourni à sa prochaine session. En particulier, il a souligné la nécessité d'établir des codes de pratiques prévoyant les conditions d'hygiène auxquelles les usines devraient répondre ainsi que les méthodes d'inspection à appliquer à chaque étape du processus de fabrication pour satisfaire ces exigences minimum. De tels

codes de pratiques seraient particulièrement utiles pour les pays en voie de développement.

- (b) Le Comité a entendu une communication sur les activités du Comité mixte d'experts FAO/OMS de l'hygiène du lait et sur les publications en préparation sur cette questions monographie. sur l'hygiène du lait, sur les directives concernant la construction des usines laitières, et la brochure FAO déjà publiée sur les ""Principes de législation laitière". Il a noté également l'intérêt que peuvent présenter à ce propos les conclusions des journées d'étude organisées par la FIL telles que celles qui se sont tenues à Berne en 1960 sur l'aptitude du lait à la conservation et dont les résultats sont publiés dans le Bulletin annuel de la Fédération. Le Comité a également été informé de ce que le Gouvernement des Etats-Unis d'Amérique, principalement par le canal, du Ministère de l'Agriculture et du Service de Santé publique, a publié* des bulletins sur la production hygiénique du lait, sur la construction des usines laitières et les sujets connexes. Le Comité a noté que ces renseignements pourraient être extrêmement utiles aux gouvernements. Le Comité a également pris note avec satisfaction des possibilités de collaborer plus étroitement avec l'OMS qui découleront de la mise en place du nouveau programme commun FAO/OMS d'établissement des normes' alimentaires, récemment approuvé par les deux Organisations.

* Le Secrétariat croit savoir que ces publications peuvent être obtenues auprès de l'USDA et de l'USPH, Washington 25, U.C., U.S.A.

14. Le Comité a réaffirmé l'avis qu'il avait exprimé à sa quatrième session (Rapport, paragraphe 9) et suivant lequel l'examen du classement de qualité des produits en application du programme relatif au Code de Principes était pour le moment prématuré. De tels travaux ne pourront être entrepris qu'une fois élaborées des normes internationales sur la composition-des principaux produits laitiers.
15. A sa quatrième session (Rapport, paragraphe 6). le Comité a étudié la coordination entre la FIL, l'ISO et l'Association. Américaine des Chimistes Agricoles Officiels (AOAC) dans le cadre du programme relatif au Code de Principes. Il a entendu à cet égard des exposés du Président de la FIL et du Secrétaire de l'ISO TC/34 SC/5. Le Comité a noté avec approbation que des mesures efficaces avaient déjà été convenues entre les deux Organisations concernant leur collaboration et que cette coopération devait être développée encore durant l'année qui va s'ouvrir en vue de permettre aux deux Organisations de présenter conjointement des propositions sur des projets de normes dans tous les domaines d'intérêt commun. Dans le cas de l'AOAC, le Comité a été informé que des mesures étaient actuellement prises pour mettre cet organisme en mesure de collaborer à la préparation de projets de normes à' examiner au titre du programme relatif au Code de Principes, On compte que ces dispositions seront menées à bien avant la prochaine session du Comité.
16. Le Comité a examiné une proposition du Secrétariat visant à améliorer le système de numérotation des normes publiées en application du Code de Principes et à assurer l'identité, sous le rapport du texte et de la numérotation, entre ces normes et les normes correspondantes publiées par la FIL. Le Comité est convenu que ces normes devraient être publiées en deux séries: série A pour les normes sur la composition et série B pour les méthodes de prélèvement d'échantillons et ' d'analyse, la lettre A ou B précédant le numéro de chaque norme. Il est également

convenu que le numéro devrait être accompagné par le millésime de l'année pendant laquelle chaque norme a été adoptée. Ainsi, les normes numérotées jusqu'ici 01, 02, etc., devront être désormais publiées sous les cotes B.1, B.2, etc., et celles qui figuraient sous la numérotation 1,2,3, etc., seront cotées A1, A2, A3, etc. Le Comité a recommandé que la FIL publie une note sur chacune de ses normes qu'elle soumet pour examen au titre du programme relatif au Code de Principes en indiquant nettement que cette présentation a été faite et qu'une version révisée devra être publiée lorsque la norme aura été définitivement adoptée par le Comité. Cette version révisée devrait soit simplement porter la même cote que celle qu'aura adoptée le Comité, soit mentionner cette cote à côté de la cote FIL, afin d'éviter toute confusion.

17. Le Comité s'est particulièrement félicité des contributions importantes apportées au programme relatif au Code de Principes par la FIL et l'ISO, ainsi que des mesures prises par ces deux organisations pour intégrer leur travail commun, ce qui facilite grandement la tâche du Comité.
18. Le Comité a de nouveau pris note avec regret du fait que sa demande en vue d'obtenir dans un court délai des réponses aux questions posées dans son rapport n'avait pas, dans de nombreux cas, suscité les réactions espérées. Il a répété qu'il était indispensable que les gouvernements répondent sans tarder à toutes les demandes faites dans ses rapports si l'on veut réaliser des progrès rapides. Par contre, certains gouvernements présentent leurs réponses avec beaucoup de promptitude, et le Comité espère que leur exemple sera suivi par tous. Le Comité a souligné à nouveau que l'on pourrait économiser un temps précieux si les gouvernements, en même temps qu'ils envoient leurs observations à la PAO, en adressaient copie à chacune des délégations ayant assisté à la session précédente.
19. Le Comité a prié le Directeur général d'apporter toute son attention à la recherche des moyens propres à accélérer la préparation et l'envoi des documents. Si tous les documents pouvaient sortir rapidement et parvenir ensuite entre les mains des gouvernements dans un court délai, la tâche de ces gouvernements s'en trouverait grandement facilitée dans la préparation de réponses rapides aux demandes formulées par le Comité comme il est dit au paragraphe 18 ci-dessus.
20. Comme il avait été fait lors de la quatrième session, 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 des normes adoptées par le Comité et soumises aux gouvernements pour acceptation.
 - c) Le texte des normes encore en discussion et soumises aux gouvernements pour examen complémentaire.
 - La Deuxième Partie comprends
 - a) Le texte du Code et de la Note explicative.
 - b) L'état des acceptations du Code.
 - c) Le texte des normes définitivement adoptées par le Comité.
 - d) L'état des acceptations de ces normes.

La Deuxième Partie du présent rapport constitue la Troisième édition du Code de Principes montrant quelle est la situation au 1er mai 1962.

21. RESUME DES RECOMMANDATIONS

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) considérer favorablement et sincèrement l'application des normes suivantes:
 - (i) Section concernant le prélèvement d'échantillons de fromages à insérer dans la norme No. A.I. (voir paragraphe 6 et Annexe A - Prélèvement d'échantillons de fromage).
 - (ii) Normes générales concernant les fromages (voir paragraphe 10 et Annexe B).
- b) fournir des commentaires détaillés sur les projets de normes suivants:
 - FIL-IDF-1 1955 Détermination de la teneur en matière grasse dans le lait liquide normal d'après Röso-Gottlieb. (voir Annexe C).
 - FIL-IDF-4 1958 Détermination de la teneur en matière sèche du fromage. (Voir Annexe D).
 - FIL-IDF-10 1960 Détermination de la teneur en eau du "beurre". (Voir Annexe E).
 - FIL-IDF-12 1960 Détermination de la teneur en sel du beurre. (Voir Annexe F).
 - FIL-IDF-13 1960 Détermination de la teneur en matière grasse du lait concentré sucré et non 'sucré d'après' Röse Gottlieb. (Voir Annexe G).
- c) fournir des commentaires détaillés sur la question de l'emploi des dénominations et marques commerciales (voir paragraphe 12).
- d) fournir au Secrétariat des informations détaillées sur les difficultés concernant l'application du Code dans la pratique à travers le monde et, si la demande expresse leur en est faite par lettre individuelle, à fournir les renseignements supplémentaires nécessaires pour compléter les détails concernant la situation de l'application du Code. (voir paragraphes 3 et 4).

ANNEXE A

NORME ADOPTEE PAR LE COMITE ET SOUMISE AUX GOUVERNEMENTS POUR ACCEPTATION

NORME No. B.1 (1962) (Partie)

NORME POUR LE PRELEVEMENT D'ECHANTILLONS DE FROMAGE

1. But des prélèvements

Le but des prélèvements doit être, en partant d'une portion du lot, d'obtenir un échantillon moyen représentatif des différents fromages du lot entier et, à partir de chaque fromage à analyser, un échantillon représentatif du fromage entier.

2. Poids de l'échantillon

Le poids de l'échantillon doit être au minimum de 50 g.

3. Matériel de prélèvement

- 3.1 Des sondes à fromage, en acier trempé ou acier inoxydable de forme et dimensions adaptées aux types de fromages à échantillonner.
- 3.2 Couteau à lame pointue en acier inoxydable.
- 3.3 Feuille d'étain ou d'aluminium.
- 3.4 Récipients pour échantillons susceptibles d'être rendus hermétiquement étanches à l'air.

4. Technique de Prélèvement

Suivant la forme, le poids, le type et le degré de maturité des fromages, utiliser l'une des trois techniques suivantes:

- a) Prélèvement par découpage d'un secteur:
- b) Prélèvement au moyen d'une sonde.
- c) Prélèvement d'un fromage entier.

Quand un choix doit être fait entre a) et b), la méthode a) est préférable mais la méthode b) est acceptable, en particulier pour les fromages à pâte dure de grande dimension.

4.1 Prélèvement par découpage d'un secteur

A l'aide d'un couteau à lame pointue, pratiquer deux coupes radiales à partir du centre du fromage. La dimension du secteur ainsi obtenu doit être telle qu'après avoir enlevé la couche superficielle non consommable, la partie consommable restante pèse au moins 50 g.

4.2 Prélèvement au moyen d'une sonde

Suivant la forme, le poids et le type de fromage les techniques suivantes sont employées:

- 4.2.1 La sonde peut être enfoncée obliquement en direction du centre du fromage, une ou plusieurs fois, dans une des faces planes, à une distance minimum de 10 à 20 centimètres du bord. Enlever,

sur le ou les cylindres ainsi obtenus, au moins deux centimètres de l'extrémité qui comprend la croûte et utiliser le morceau enlevé pour boucher le trou fait dans le fromage. Le restant du ou' des cylindres constituera l'échantillon. Les trous de sonde doivent être bouchés avec grand soin, en particulier dans le cas des fromages de grandes dimensions et, si possible, recouverts par une matière autorisée.

- 4.2.2 La sonde peut être enfoncée perpendiculairement à l'une des faces du fromage pour atteindre la face opposée en passant par le centre.
- 4.2.3 La sonde peut être enfoncée horizontalement dans la paroi verticale du fromage, à égale distance entre les deux surfaces planes jusqu'au centre du fromage.
- 4.2.4 Pour le fromage transporté en fûts, en caisses ou en vrac dans des récipients ou qui forment de grosses masses compactes, la prise d'échantillon peut s'effectuer en faisant passer la sonde obliquement de haut en bas à travers tout le contenu du récipient.

4.3 Prélèvement d'un fromage entier

Cette méthode doit normalement être réservée aux fromages de petit format et aux fromages présentés dans de petites boîtes en portions enveloppées. Un nombre suffisant de boîtes ou portions doit être prélevé pour obtenir un échantillon dont le poids soit au minimum de 50 g.

Dans le seul cas des fromages pâte molle vendus à la pièce et pour lesquels un poids minimum de matière sèche est légalement spécifiés le fromage doit être posé au moment du prélèvement et le poids indiqué sur l'étiquette.

4.4 Prélèvement des fromages en saumure

Les échantillons de fromages en saumure sont obtenus en prélevant des fragments chacun d'au moins 100 g. tels qu'ils se présentent, et, en même temps, une quantité de saumure suffisante pour recouvrir le fromage dans le récipient de prélèvement.

5. Traitement et conservation des échantillons

- 5.1 Aussitôt après le prélèvement, les échantillons (sondes, secteurs, petits fromages entiers) doivent être introduits dans un récipient de forme et de dimensions appropriées.
L'échantillon peut être découpé en morceaux pour être introduit dans le récipient, mais il ne doit être ni comprimé, ni écrasé.
- 5.2 Aucun produit conservateur ne doit être introduit dans le récipient contenant l'échantillon.
- 5.3 Les récipients contenant les échantillons doivent être envoyés au plus tôt au laboratoire, où l'analyse sera commencée le plus tôt possible. Si un retard intervient dans le transfert ou la mise en route de l'analyse, les échantillons seront conservés de manière à éviter toute séparation de matière grasse ou d'humidité. Les fromages à pâte molle doivent toujours être maintenus à une température comprise entre 0 et 8°C.

- 5.4 Quelle que soit la méthode utilisée, emploi d'une sonde ou découpage d'un secteur, on prendra soin de n'éliminer que la couche superficielle, non consommable, du fromage, telle que les parties moisies ou cornées. Seulement dans le cas des fromages à pâte molle, vendus à la pièce et pour lesquels un poids minimum de matière sèche est légalement spécifié, la peau ou la croûte ne seront pas éliminées pour la détermination du poids de matière sèche rapporté à la pièce.

ANNEXE B

NORME ADOPTEE PAR LE COMITE GOUVERNEMENTS

POUR ACCEPTATION

NORME NO. A, 6 (1962)

NORME GENERALE POUR LE FROMAGE

1. Fromage

1.1 Définition

Lo "fromage" est le produit frais ou affiné obtenu par égouttage après coagulation du lait, de la crème, du lait écrémé ou partiellement écrémé, du babeurre ou du mélange de certains ou de tous ces produits.

1.2 Additions autorisées

Les substances suivantes peuvent être ajoutées, pourvu que leur addition n'ait pas pour but de remplacer tout ou partie de l'un quelconque des constituants du lait

- a) Substances non dangereuses qui sont nécessaires pour la fabrication;
- b) Produits aromatisants naturels ne provenant pas du lait, tels que les épices, dans une proportion telle qu'ils puissent être considérés seulement comme aromatisants, à la condition que le fromage reste le constituant essentiel et que l'addition soit mentionnée dans la dénomination' du produit (par exemple, fromage au céleri, etc...), à moins que la présence d'épices soit une caractéristique traditionnelle du fromage considéré.

1.3 Dénominations

Les termes utilisés pour désigner le type de fromage ne peuvent être appliqués qu'aux produits qui répondent à la définition du fromage faisant l'objet du paragraphe 1.1 et qui présentent les caractéristiques particulières à ce type de fromage.

1.4 Marquage et Etiquetage

1.4.1. Tout fromage ou, à défaut, tout emballage ou pré-emballage préparé pour la vente au consommateur doit porter

- (a) le nom, ou tout autre indication claire du pays producteur dans le cas d'un fromage portant la dénomination d'un type de fromage qui n'est pas originaire du pays de production.
- (b) le nom du type de fromage.
- (c) A moins que les dispositions du paragraphe 1.4.2 ne soient applicables, la teneur minimum en matière grasse dans l'extrait-sec, si cette teneur est inférieure à 45%.

1.4.2 Il ne sera pas obligatoire de marquer la teneur minimum en matière grasse lorsque le type est conforme à une norme internationale de composition fixant la teneur minimum en matière

grasse et la teneur maximum en humidité, adoptée dans le cadre du Code de Principes ou jusqu'à ce qu'une telle norme internationale ait été adoptée lors que:

en ce qui concerne exclusivement le marché intérieur, le type est conforme à la législation nationale qui définit sa composition,

- 1.4.3 La dénomination "gras" ou une expression équivalente peut être utilisée pour un fromage présentant une teneur en matière grasse de 45% ou plus dans l'extrait-sec, si cette dénomination est déjà utilisée traditionnellement pour ce type de fromage.
- 1.4.4 La teneur en matière grasse du fromage doit être exprimée en pourcentage dans l'extrait-sec. Le marquage de la teneur en matière grasse, l'indication du pays de production, et la dénomination du fromage doivent figurer sous forme de mots ou de chiffres parfaitement nets et lisibles.,
- 1.4.5 Tout fromage destiné à l'exportation ou son emballage, ainsi que les documents commerciaux qui s'y réfèrent doivent, dans tous les cas, porter le nom du pays de production, ainsi que l'indication du nom du fabricant ou de l'exportateur en langage clair ou en code.

2. Fromage de Lactosérum

2.1 Définition

Le "fromage de lactosérum" est le produit obtenu par concentration ou coagulation du sérum de lait avec ou sans addition de lait et 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 Le pourcentage minimum de matières grasses dans l'extrait-sec pour le fromage de lactosérum "crème" est de 33 pour cent.
- 2.2.3 La teneur minimum en matière grasse dans l'extrait-sec pour le fromage de lactosérum gras est de 10%.,

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 nets et lisibles.

ANNEXE C

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

METHODE NORMALISEE POUR LA DETERMINATION DE LA TENEUR EN MATIERE GRASSE DU LAIT LIQUIDE.. NORMAL D'APRES ROSE-GOTTLIEB

I. Définition de la Teneur en matière grasse

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

II. Analyse

1. Matériel et appareils

- 1.1 Balance analytique, sensibilité 0,1 mg.
- 1.2 Centrifugeuse d'un type approprié pour y loger les tubes d'extraction et permettant de maintenir une vitesse de 500-600 tours par minute.
- 1.3 Etuve à dessiccation permettant d'obtenir une température constante ou étuve à dessiccation sous vide.
- 1.4 Fioles d'Erlenmeyer ou ballons à fond plat, d'une capacité de 150-250 ml., sur lesquels il est possible d'indiquer d'une façon permanente ou semi-permanente la référence de l'échantillon.
- 1.5 Corps facilitant l'ébullition, exempts de matière grasse, ne se désagrégeant pas.
- 1.6 Tubes ou ballons d'extraction appropriés, avec bouchons hermétiques (liège ou néoprène).

2. Réactifs

- 2.1 Solution d'ammoniacale à 25 à 30 pour cent, limpide, incolore.
- 2.2 Alcool éthylique, 96 vol. 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 30-60° C.

Au lieu d'alcool éthylique pur, on peut aussi employer de l'alcool éthylique dénaturé, soit avec de l'alcool méthylique soit avec du benzène.

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, en utilisant 10 ml. d'eau distillée au lieu de lait. On introduira dans le ballon une petite quantité de matière grasse pure avant de procéder à la dessiccation et à la pesée du ballon. Il faut tenir compte dans le calcul de l'analyse de cet essai à blanc, qui ne devra cependant pas indiquer une valeur autre que pratiquement négligeable.

3. Préparation de l'échantillon

Avant l'analyse, perter l'échantillon à 20° C. \pm 2° C. et le mélanger soigneusement. Si l'on n'obtient pas une bonne répartition de la matière grasse, chauffer lentement l'échantillon à environ 40° C, le mélanger soigneusement et le refroidir à 20° C. \pm 2° C. avant l'analyse.

4. Mode opératoire

- 4.1 Peser environ 10 g. de lait à 1 mg. près dans l'appareil d'extraction.
- 4.2 Ajouter 2 ml. "do solution d'ammoniaque et bien mélanger.
- 4.3 Ajouter 10 ml. d'alcool éthylique et mélanger le contenu.
- 4.4 Ajouter 25 ml. d'éther éthylique et, après fermeture du flacon, mélanger soigneusement le contenu par agitation vigoureuse et renversement, répétés pendant une minute.
- 4.5 Ajouter 25 ml. d'éther de pétrole, fermer l'appareil d'extraction, mélanger le contenu et l'agiter pendant environ une minute prudemment pour éviter la formation d'émulsion. (Dans le cas où l'on dispose d'une centrifuge cette dernière précaution n'est pas nécessaire).
- 4.6 Laisser reposer l'appareil d'extraction suffisamment longtemps ou le centrifuger (au moins une minute à 500-600 tours/minute) jusqu'à ce que la couche éther-éther de pétrole soit limpide et complètement séparée de la couche aqueuse.
- 4.7 Transvaser aussi complètement, que possible la couche éther-éther de pétrole, par décantation ou à l'aide d'un dispositif de siphonage (on 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, puis rincer le bouchon-, de l'appareil d'extraction et le dispositif de siphonage' avec quelques millilitres d'éther éthylique.
- 4.8 Répéter l'extraction une seconde et une troisième fois utilisant chaque fois 15-25 ml. d'éther éthylique et d'éther de pétrole suivant le procédé décrit dans 4.5 et 4.6. Transférer dans chaque cas dans le mémo ballon la couche d'éther et d'éther de pétrole comme indique sous 4.7 et 4.8. Dans le cas de flacons d'extraction Mojonnier ajouter de l'alcool pour la seconde extraction et de l'eau pour la troisième de façon à amener la solution aqueuse au niveau correct.
- 4.9 Evaporer soigneusement les solvants contenus dans le ballon.
- 4.10 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 100-105° C. La dessiccation peut être accélérée si, après évaporation des solvants, les vapeurs encore présentes dans le ballon sont éliminées avec précaution en insufflant prudemment de l'air, le ballon étant placé horizontalement pour ce séchage.
- 4.11 Laisser le ballon refroidir et le peser dès qu'il a atteint la température ambiante, utilisant comme contre-poids un ballon témoin traité de façon identique ou, si l'on en utilise une balance à un seul plateau, corriger le poids compte tenu du changement de poids du ballon témoin.

4.12 Poursuivre la dessiccation en posant toutes les heures, jusqu'à poids constant ou jusqu'à ce que le poids augmente légèrement. Dans ce dernier cas, prendre pour le calcul la dernière valeur obtenue avant l'augmentation du poids.

Éliminer du ballon la matière grasse par trois lavages successifs à l'éther de pétrole. Cette opération a pour but de supprimer toute erreur due à un entraînement minime de substances non grasses au cours de l'extraction. Peser le ballon après élimination des solvants selon 4.9 et 4.10. Le poids de matière grasse est la différence entre les deux pesées.

5. Précision de la méthode

Les résultats de deux déterminations parallèles ne doivent pas différer de plus de 0,04 g. de matière grasse pour 100 g. du produit.

ANNEXE D

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

DETERMINATION DE LA TENEUR EN MATIERE SECHE DU FROMAGE

I. Définition de la matière sèche

L'extrait-sec du fromage est la masse exprimée en pourcentage pondéral, subsistant après le processus de dessiccation décrit ci-dessous.

II. Analyse

1. Matériel et appareils

- 1.1 Balance analytique., sensibilité 0,1 mg.
- 1.2 Exsiccateur garni d'un bon déshydratant (gel de silice avec indicateur hygrométrique ou chlorure de calcium).
- 1.3 Etuve à dessiccation permettant d'obtenir une température constante jusqu'à 110° C.
- 1.4 Capsules de nickel ou d'aluminium, hauteur 2 cm, environ, diamètre 6 à 8 cm.
- 1.5 Sable de quartz à gros grains ou sable marin, purifié à l'acide chlorhydrique, lavé et recuit,
- 1.6 Agitateurs de verre, avec une extrémité plate.

2. Préparation de l'échantillon

(La description détaillée des opérations est demandée par les Gouvernements),

3. Mode opératoire

- 3.1 Placer 20 g. de sable environ et un agitateur de verre dans la capsule de nickel ou d'aluminium,
- 3.2 Sécher à l'étuve à 105° C. jusqu'à poids constant, la capsule contenant le sable et l'agitateur.
- 3.3 Laisser refroidir la capsule à l'exsiccateur, et peser.
- 3.4 Placer rapidement dans la capsule environ 3 g. de l'échantillon de fromage préparé, et peser à nouveau.
- 3.5 Broyer soigneusement la masse de fromage avec le sable à l'aide de l'agitateur*.

* Pour les fromages qui fondent à une température de 105° C. en une masse cornée, il est recommandé de garder d'abord la capsule avec la masse de fromage broyée dans l'exsiccateur pendant 16 heures à la pression atmosphérique normale et à la température du laboratoire. On remuera de temps en temps le contenu de la capsule avec l'agitateur, pour éviter la formation d'une croûte.

- 3.6 Sécher la capsule pendant quatre heures à l'étuve à 105° C,
- 3.7 Laisser refroidir à l'exsiccateur et peser.

3.8 Poursuivre le séchage jusqu'à poids constant, chaque posée étant séparée par un séjour à l'étuve d'une demi-heure.

4. Précision de la méthode

Les résultats de deux déterminations parallèles ne doivent pas différer de plus de 0,2 g. de matière sèche pour 100 g. du produit.

ANNEXE E

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

METHODE NORMALISEE POUR LA DETERMINATION DE LA TENEUR EN EAU DU BEURRE

I. Définition de la teneur en eau

Par teneur en eau, il faut entendre la perte de poids, exprimée en pourcentage, obtenue par dessiccation du beurre à 102° C. ($\pm 2^\circ$ C).

II. Analyse.

1. Matériel et appareils

- 1.1 Balance analytique, sensibilité 1 mg.
- 1.2 Etuve à dessiccation assurant une température constante entre 100-104° C.
- 1.3 Exsiccateur garni de silicagel,
- 1.4 Capsules en porcelaine ou en métal résistant à la corrosion, ayant une hauteur de 2 cm, environ et un diamètre de 6 à 8 cm.
- 1.5 Grains de pierre ponce pure calibrés, d'un diamètre de 2,8 à 3,4 mm.

2. Préparation de l'échantillon

L'échantillon devra être porté à 18-20° C. Sauf nécessité évidente, l'homogénéisation de l'échantillon ne s'impose pas. Le cas échéant, on procédera à cette homogénéisation à une température ne dépassant pas 25° C., on se conformant à une méthode bien établie.

3. Mode opératoire

- 3.1 Disposer dans la capsule 12 à 15 g. de pierre ponce.
- 3.2 Sécher la capsule contenant la pierre ponce à une température de $102 \pm 2^\circ$ C, jusqu'à poids constant.
- 3.3 Laisser refroidir la capsule dans l'exsiccateur et peser.
- 3.4 Poser exactement dans la capsule environ 5 g. (ou 10 g.) de l'échantillon de beurre.
- 3.5 Placer la capsule dans l'étuve, à $102 \pm 2^\circ$ C. pendant 2 heures.
- 3.6 Laisser refroidir dans l'exsiccateur et peser.
- 3.7 Répéter le processus de dessiccation, en ménageant chaque fois un temps de dessiccation d'une demi-heure jusqu'à obtention d'un poids constant (à 3 ou 6 mg. près). Dans le cas d'une augmentation de poids, le poids le plus faible est retenu pour le calcul.

$$100 \times \frac{\text{Différence entre les poids du beurre avant et après dessiccation}}{\text{Poids du beurre avant dessiccation}}$$

4. Précision de la méthode

Les résultats de deux déterminations parallèles ne doivent pas différer de plus de 0,1 g. d'eau pour 100 g. du produit.

ANNEXE F

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

METHODE NORMALISEE POUR LA DETERMINATION DE LA TENEUR EN SEL DU BEURRE

I. Définition de la Teneur en sel

Par teneur en sel il. faut entendre le' contenu en chlorure de sodium exprimé en pourcentage pondéral.

II. Analyse

1. Principe

Le beurre est fondu dans l'eau chaude et les chlorures sont desées au moyen d'une solution de nitrate d'argent, le chromate do potassium étant utilisé comme indicateur (méthode de Mohr).

2. Appareils

- 2.1 Balance analytique, sensibilité 1 mg.
- 2.2 Fiole d'Erlenmeyer, d'une capacité de 200 ml.
- 2.3 Burette graduée au 1/10 ml.

3. Réactifs

- 3.1 Solution de nitrate d'argent, 0,1 N.
- 3.2 Solution de chromate de potassium à 5%.
- 3.3 Carbonate do calcium exempt do chlorures.

4. Préparation de l'échantillon

Mélanger l'échantillon soigneusement en se conformant à une méthode reconnue et à une température ne dépassant pas 25° C.

5. Mode opératoire

- 5.1 Dans la fiole d'Erlenmeyer, peser à 10 mg. près environ 5 g. do l'échantillon.
- 5.2 Ajouter avec précaution 100 ml. d'eau distillée bouillante. Laisser reposer pendant 5 à 10 minutes en agitant de temps en temps.
- 5.3 Après refroidissement à 50-55° C. (température do titrage), ajouter 2 ml. de la solution de chromate do potassium. Mélanger en agitant.
- 5.4 Si le beurre est acide (pH <6,5), ajouter une pincée de carbonate de calcium. Mélanger en agitant.
- 5.5 Titrer à 50-55° C. avec la solution de nitrate d'argent 0,1 N en agitant continuellement jusqu'à ce que la' couleur brunâtre persiste pendant une demi-minute.
- 5.6 Procéder à un essai à blanc.

- 5.7 Calculer la teneur en sel (chlorure de sodium) à l'aide de la formule :

$$\% \text{ Sel} = \frac{5,85 \text{ N} (V_1 - V_0)}{p}$$

dans laquelle;

N = Normalité de la solution de nitrate d'argent.'

V_1 = Nombre de ml. de la solution de nitrate d'argent utilisés dans le titrage de P grammes de l'échantillon,

V_0 = Nombre de ml. (à 0,05 ml. près) de la solution de nitrate d'argent 0,1 N utilisés dans l'essai à blanc.

P = Poids (en grammes) du beurre prélevé pour l'analyse.

6. Précision de la méthode

Les résultats de deux déterminations parallèles ne doivent pas différer de plus de 0,02 g. de chlorure de sodium pour 100 g. du produit.

ANNEXE G

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

METHODE NORMALISEE POUR LA DETERMINATION DE LA TENEUR EN MATIERE GRASSE DU LAIT CONCENTRE SUCRE ET NON SUCRE D'APRES ROSE- GOTTLIEB

I. Définition de la teneur en matière grasse

Par teneur en matière grasse, il faut entendre la quantité totale de lipides et de substances lipoïdes, exprimée en "pourcentage pondéral, obtenue par la méthode de Röse-Gottlieb.

II. Analyse

1. Matériel et appareils

- 1.1 Balance analytique, sensibilité 0,1 mg.
- 1.2 Centrifuge d'un type approprié pour y loger les tubes d'extraction et permettant de maintenir une vitesse de 500-600 tours par minute.
- 1.3 Etuve à dessiccation permettant d'obtenir une température constante ou étuve à dessiccation sous vide.
- 1.4 Fioles d'Erlenmeyer ou ballons à fond plat, d'une capacité de 150-250 ml., sur lesquels il est possible d'indiquer d'une façon permanente ou semi-permanente la référence de l'échantillon.
- 1.5 Corps facilitant l'ébullition, exempts de matière grasse, ne se désagrégeant pas.
- 1.6 Tubes ou ballons d'extraction appropriés, avec bouchons hermétiques (liège ou néoprène).

2. Réactifs

- 2.1 Solution d'ammoniaque à 25 à 30 pour cent, limpide, incolore,
- 2.2 Alcool éthylique, 96, vol. 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 30-60°C.

Au lieu d'alcool éthylique pur, on peut aussi employer de l'alcool éthylique dénaturé, soit avec de l'alcool éthylique soit avec du benzène.

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 en utilisant 10 ml. d'eau distillée au lieu de lait. On introduira dans le ballon, une petite quantité de matière grasse pure avant de procéder à la dessiccation et à la pesée du ballon. Il faut tenir compte dans le

calcul de l'analyse de cet essai à blanc, qui ne devra cependant pas indiquer une valeur autre que pratiquement négligeable.

3. Préparation de l'échantillon

Il est indispensable de mélanger l'échantillon si l'on constate une séparation partielle plus ou moins importante de certains composants par ex. matières protéiques, matière grasse, sels de calcium ou lactose.

Pour le lait concentré non sucrés

Ouvrir la boîte au bord du couvercle, verser le lait doucement dans un autre récipient et procéder au mélange par transvasements répétés. Le lait ou la graisse adhérant au couvercle devront être réincorporés à l'échantillon. Porter l'échantillon dans la boîte couverte à 40° C. et mélanger intimement en remuant. Laisser refroidir.

Pour le lait concentré sucrés

Ouvrir la boîte au bord du couvercle. Le lait ou la graisse adhérant au couvercle devront être réincorporés à l'échantillon. Porter à une température de 40° C. et mélanger intimement en remuant de haut en bas avec une cuiller. Laisser refroidir.

4. Mode opératoire

- 4.1 Peser environ 5 g. du lait concentré non sucré (ou de 2 à 3 g. du lait concentré sucré) à 1 mg. près, dans l'appareil d'extraction.
- 4.2 Ajouter de l'eau jusqu'à un volume d'environ 10,5 ml. en agitant légèrement et en chauffant au bain-marie (40 à 45° C.) jusqu'à dissolution complète du lait concentré.
- 4.3 Ajouter 1 ml. de solution d'ammoniaque et mélanger soigneusement.
- 4.4 Ajouter 10 ml. d'alcool éthylique 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, former l'appareil d'extraction, mélanger le contenu et l'agiter pendant environ une minute prudemment pour éviter la formation d'émulsion. (Dans le cas où l'on dispose d'une centrifuge cette dernière précaution n'est pas nécessaire).
- 4.7 Laisser reposer l'appareil d'extraction suffisamment longtemps ou le centrifuger (au moins une minute à 500-600 tours/minute) jusqu'à ce que la couche éther-éther de pétrole, soit 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, puis rincer le bouchon de

l'appareil d'extraction et le dispositif de siphonage avec quelques millilitres d'éther éthylique.

- 4.9 Répéter l'extraction une seconde et une troisième fois utilisant chaque fois 15-25 ml. d'éther éthylique et d'éther de pétrole suivant le procédé décrit dans 4.6 et 4.7. Transférer dans chaque cas dans le mono ballon la couche d'éther et d'éther de pétrole comme indique sous 4.8 et 4.9. Dans le cas de flacons d'extraction Mojonnier ajouter de l'alcool pour la seconde extraction et de l'eau pour la troisième de façon à amener la solution aqueuse au niveau correct,
- 4.10 Evaporer soigneusement les solvants contenus dans le ballon.
- 4.11 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 100-105° C, La dessiccation peut être accélérée si, après évaporation des solvants, les vapeurs encore présentes dans le ballon sont éliminées avec précaution en insufflant prudemment de l'air, le ballon étant placé horizontalement pour ce séchage.
- 4.12 Laisser le ballon refroidir et le poser dès qu'il a atteint la température ambiante, utilisant comme contre-poids un ballon témoin traité de façon identique ou, si l'on utilise une balance à un seul plateau, corriger le poids compte tenu du changement de poids du ballon témoin.
- 4.13 Poursuivre la dessiccation en posant toutes les heures, jusqu'à poids constant ou jusqu'à ce que le poids augmente légèrement. Dans ce dernier cas, prendre pour le calcul la dernière valeur obtenue avant l'augmentation de poids.

Eliminer du ballon la matière grasse par trois lavages successifs à l'éther de pétrole. Cette opération a pour but de supprimer toute erreur due à un entraînement minime de substances non grasses au cours de l'extraction. Peser le ballon après élimination des solvants selon 4.10 et 4.11. Le poids de matière grasse est la différence entre les deux pesées,

5. Précision de la méthode

Les résultats de deux déterminations parallèles ne doivent pas différer de plus de 0,05 g. de matière grasse dans le produit.