

commission du codex alimentarius



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

ORGANISATION
MONDIALE
DE LA SANTÉ



F

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

Point 5 de l'ordre du jour

**CX/MMP 02/11
février 2002**

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMITÉ DU CODEX SUR LE LAIT ET LES PRODUITS LAITIERS

Cinquième session

Wellington, Nouvelle-Zélande, 8-12 avril 2002

MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES PRODUITS LAITIERS

Rapport du groupe de travail de la FIL/ISO/AOAC sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage

INTRODUCTION

Ce document établit les références pour les méthodes d'analyse et d'échantillonnage en ce qui concerne les normes, projets de norme et avant-projets de norme Codex pour les produits laitiers pris en considération à la 5^{ème} session du CCMMP.

La liste de méthodes est fournie en Annexe I pour être prise en considération par le Comité. La liste contient les méthodes recommandées par le groupe de travail tripartite FIL/ISO/AOAC travaillant sur les projets et les avant-projets de normes en cours d'élaboration. Une fois que le Comité aura approuvé les méthodes, celles-ci seront envoyées devant le CCMAS pour approbation. Les listes sont présentées dans le format du Volume 13 du *Codex Alimentarius* auquel les listes seront finalement ajoutées.

Les données de précision pour les méthodes sont actuellement établies par la FIL, l'ISO et AOAC International. Les détails seront communiqués au secrétariat du Codex avant d'être envoyés au CCMAS.

Les méthodes (normes internationales) d'analyse et d'échantillonnage qui ont été publiées ou passées en revue pour la dernière fois il y a cinq ans sont passées en revue systématiquement par les adhérents de la FIL, l'ISO (ISO TC34/SC5¹) et AOAC International. Après la revue, les méthodes standard pourront être confirmées ou revues.

DIRECTIVES POUR L'ANALYSE ET L'ÉCHANTILLONNAGE DES PRODUITS LAITIERS

Le CCMAS a progressé en ce qui concerne ses directives générales pour l'échantillonnage. Ces directives sont liées aux exigences en matière de programmes d'échantillonnage statistique. Dès que le CCMAS aura présenté le nouveau projet, des experts de la FIL, l'ISO et AOAC International travailleront sur la façon de les appliquer à l'échantillonnage statistique des produits laitiers.

L'objectif est de fournir des directives sur l'échantillonnage statistique des produits laitiers de façon à vérifier la conformité des produits laitiers par rapport aux normes de composition. La définition appropriée des limites des exigences de composition prenant en compte les aspects statistiques est une condition préalable. Cette définition forme la base pour la sélection/le développement d'un plan d'échantillonnage statistique

¹ Comité technique ISO sur les produits alimentaires / Sous-comité 5 sur le lait et les produits laitiers

permettant de vérifier la conformité. Des tailles acceptables d'échantillons représentent un aspect pratique important.

APPROBATION DU CCMAS DES METHODES D'ANALYSE PROPOSEES POUR LES NORMES DES PRODUITS LAITIERS (23^{ème} session, Budapest, février-mars 2001) (voir ALINORM 01/23, Annexe IV, pages 35-36).

Fromage - Matière sèche (extrait sec et humidité)

Approbation type I

Il est demandé au CCMMP quel est le rapport entre les résultats obtenus par la méthode de séchage à 102°C (étant la méthode adoptée et approuvée) et la méthode courante d'étuve à vide à 88°C.

(Cela est valable pour toutes les autres dispositions des normes pour les produits laitiers pour lesquelles le séchage à 102°C est proposé.)

Apparemment, aucun élément de comparaison n'est disponible.

Le lait et les produits laitiers - Détermination de la teneur en cuivre

La méthode photométrique (norme FIL 76A) est considérée comme étant dépassée. Le CCMMP est invité à considérer des méthodes plus modernes et en particulier la méthode générale Codex, NMKL 139.

Poudres de lactosérum - Lactose

Approbation type II

Le CCMAS n'est pas satisfait par le fait que le CCMMP ait refusé de choisir l'une ou l'autre méthode. Il est suggéré que puisque la galactose est spécifique au lactose, contrairement au glucose, le test doit être effectué sur la moitié galactose (méthode B).

Les experts sont convaincus qu'un travail sur la moitié galactose sera suffisant pour atteindre le but recherché.

METHODES POUR LES NORMES EN COURS D'ELABORATION (23^{ème} session du CCMAS, Budapest, février-mars 2001) (voir ALINORM 01/23, Annexe IV, pages 36-38).

Fromages, individuels - Matière sèche

Il est demandé au CCMMP quel est le rapport entre les résultats obtenus par la méthode de séchage à 102°C (étant la méthode adoptée et approuvée) et la méthode courante d'étuve à vide à 88°C.

(Cela est valable pour toutes les autres dispositions des normes pour les produits laitiers pour lesquelles le séchage à 102°C est proposé).

Apparemment, aucun élément de comparaison n'est disponible.

Crèmes, crèmes fouettées et crèmes fermentées - Extrait sec dégraissé du lait

Non approuvé

Le CCMAS a demandé pourquoi deux méthodes ont été avancées.

Depuis les sessions précédentes du CCMMP et du CCMAS, une version révisée de FIL 80 / ISO 3727 est apparue. Seule cette méthode est présentée au CCMMP pour être envoyée au CCMAS pour approbation.

Laits fermentés - Acide lactique

Non approuvé

Il n'est pas clair pourquoi deux méthodes ont été avancées. Il sera demandé au CCMMP quelle est la fonction de la disposition : fixer l'acidité du produit ou fixer la teneur exprimée en tant qu'acide lactique ?

Par ailleurs, le CCMAS fait remarquer qu'on ne peut pas approuver deux méthodes de Type I, mais en soumettant à la fois FIL 150/ISO11 869 et AOAC937.05, le CCMMP a fait une demande pour deux Types II. Une des deux doit être choisie et soumise à nouveau.

Laits fermentés - Levains de bactéries lactiques

Approbation provisoire Type I

Le CCMMP doit fournir plus d'éléments sur la validation des méthodes. Le CCMMP doit aussi fournir une opinion à propos du type de méthode.

Laits fermentés (yaourt) - *Streptococcus thermophilus* et *Lactobacillus delbrueckii* subsp. *bulgaricus* $\geq 10^7$ cfu/g

Approbation provisoire Type I.

Le CCMMP doit fournir plus d'éléments sur la validation des méthodes. Le CCMMP doit aussi fournir une opinion à propos du type de méthode.

Laits fermentés (yaourt) - *Streptococcus thermophilus* et *Lactobacillus delbrueckii* subsp. *bulgaricus* $\geq 10^7$ cfu/g

Approbation provisoire Type I.

Le CCMMP doit fournir plus d'éléments sur la validation des méthodes. Le CCMMP doit aussi fournir une opinion à propos du type de méthode.

Fromage non affiné y compris le fromage frais - Matière sèche [non décidé (fromage non affiné/fromage frais)] $\geq 3,5$ % (fromage à la crème) et protéine

L'approbation n'est pas requise car les dispositions ont été supprimées de la norme de composition.

ANNEXE - METHODES REQUISES POUR LES DISPOSITIONS DANS LES NORMES DE PRODUITS DEVANT ETRE PRISES EN CONSIDERATION PAR LE CCMMP

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE	PRINCIPE	NOTE	TYPE	ETAT
Pâtes à tartiner à base de produits laitiers (A 16)	Matière grasse laitière < 80 % (m/m) > 10 % (m/m)	-	-	-		
	Matière grasse laitière (beurre trois-quarts gras) < = 61 (m/m) >= 59 % (m/m) (Beurre demi-gras) <= 41 % (m/m) >= 39 % (m/m)	ISO 3727-3 FIL 80-3:2001 AOAC 938.06A	Calcul, détermination de l'eau et de l'extrait sec dégraissé, calcul de la teneur en matière grasse	Les méthodes pour le beurre s'appliquent aux produits à plus faible teneur en matière grasse tels que ceux-ci	III	
Laits fermentés	Matière grasse laitière < = 10 %	ISO 1736:2000				
	Acide lactique (lait fermenté) <=0,5 % (m/m) (Yaourt, yaourt modifié, lait acidophile >=0,6 % (m/m) (kumys) > = 0,7 % (m/m)	FIL 150:1991 ISO 11869:1997	Potentiométrie, titrage du pH 8,30	La question a été soulevée par le CCMAS (voir rapport ci-dessus).	I	NA
	Exigences pour l'acide lactique comme ci-dessus	AOAC 937.05	Spectrophotométrie (pour l'acide lactique dans le lait et les produits laitiers)	La question a été soulevée par le CCMAS (voir rapport ci dessus).	I	NA
	Protéines > = 2,7 % (m/m) (sauf kumys) >= [5,6 %] (m/m) (lait fermenté concentré)	ISO 8968-1 FIL 20-1:2001 AOAC 991.20-23	Titrimétrie, (Kjeldahl)	La méthode est applicable pour tous les types de produits laitiers mais validée seulement pour le lait.	I	A
	Ethanol > = 0,5 % (vol./m) (kumys)					

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE	PRINCIPE	NOTE	TYPE	ETAT
	<p>Micro-organismes constituant le levain</p> <p>(Kefir) bactéries lactiques <i>Lactobacillus kefir</i> et espèces de <i>Leuconostoc</i>, <i>Lactococcus</i> et <i>Acetobacter</i> $\geq 10^7$ cfu/g</p> <p>Levures <i>Kluyveromyces marxianus</i>, <i>Saccharomyces omnisporus</i>, <i>S.cerevisiae</i> et <i>S.exiguus</i> $\geq 10^4$ cfu/g</p> <p>(Kumys) Bactéries lactiques <i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>bulgaricus</i> $\geq 10^7$ cfu/g</p> <p>Levures <i>Kluyveromyces marxianus</i> $\geq 10^4$ cfu/g</p>	<p>FIL 149A: 1977 (Annexe A)</p>	<p>Dénombrement des colonies à 25°C, 30°C, 37°C et 45°C en fonction du levain en question</p>	<p>La question a été soulevée par le CCMAS (voir rapport ci-dessus).</p>	I	AT
	<p>(Yaourt) <i>Streptococcus thermophilus</i> et <i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>bulgaricus</i> $\geq 10^7$ cfu/g</p>	<p>FIL 117B:1997 ISO 7889</p>	<p>Dénombrement des colonies à 37°C</p>	<p>La question a été soulevée par le CCMAS (voir rapport ci-dessus).</p>	I	AT
	<p>(Yaourt) <i>Streptococcus thermophilus</i> et <i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>bulgaricus</i> $\geq 10^7$ cfu/g</p>	<p>FIL 146:1991 ISO 9232</p>	<p>Test d'identification</p>	<p>La question a été soulevée par le CCMAS (voir rapport ci-dessus).</p>	I	AT

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE	PRINCIPE	NOTE	TYPE	ETAT
La crème et les crèmes préparées	Matière grasse laitière >=10 % (m/m)	FIL 16C:1987 (révisée en fonction de ISO 2450) ISO 2450:1999 AOAC 920.111A	Gravimétrie (Röse Gottlieb)		I	A
	Protéine du lait >= 35 % (m/m)	ISO 8968-1 FIL 20-1:2001 AOAC 991.20	Titrimétrie, (Kjeldahl)	La méthode est applicable pour tous les types de produits laitiers mais validée seulement pour le lait.	I	
Poudres de lactosérum	Lactose (Poudre de lactosérum et poudre de lactosérum acide) >= 61,0 % (m/m)	ISO 5765-2 FIL 79-2:2002	Enzymatique, sur la moitié galactose		II	A
	Protéine du lait (poudre de lactosérum) >=[11,0] % (m/m) Poudre de lactosérum acide >=[7,0] % m/m	ISO 8968-1 FIL 20-1:2001 AOAC 991.20	Titrimétrie, (Kjeldahl modifié)	La méthode est applicable pour tous les types de produits laitiers mais validée seulement pour le lait.	I	
	Matière grasse laitière (Poudre de lactosérum, poudre de lactosérum acide) <= 2 %** (m/m)	FIL 9C:1987 (révisée en fonction de ISO 1736) ISO 1736:2000 AOAC 932.06	Gravimétrie (Röse Gottlieb)		II	A
	Eau (ne comprend pas l'eau de cristallisation du lactose) (poudre de lactosérum) <= 5 % (m/m) (Poudre de lactosérum acide) >= 45 % (m/m)	FIL 26A:1993		En cours de révision pour devenir ISO 5537 FIL 26	I	
	Cendre (poudre de lactosérum) >= 9,5 % (m/m)	FIL 90:1979 ISO 5545:1978	Four à 825°C		IV	A

* recommandation

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE	PRINCIPE	NOTE	TYPE	ETAT
Fromages individuels	Matière sèche (extrait sec total)					
Cheddar (C-1)	Fourchette allant de : >= 42-64 % (m/m) >= 41-57 % (m/m)	FIL 4A:1982 ISO 5534:1985 AOAC - toutes les méthodes différent	Gravimétrie, dessiccation à 102°C	La question a été soulevée par le CCMAS (voir rapport ci dessus).	II	A
Danbo (C-3)	>= 47-58 % (m/m)	Idem		En cours de révision pour devenir ISO 5534 FIL 4		
Edam (C-4)	>= 48-62 % (m/m)	Idem				
Gouda (C-5)	>= 46-58 % (m/m)	Idem				
Havarti (C-6)	>= 46-59 % (m/m)	Idem				
Samsøe (C-7)	>= 46-57 % (m/m)	Idem				
- Samsøe	>= 60-63 % (m/m)	Idem				
- Mini-Samsøe	>= 49-61 % (m/m)	Idem				
Emmental (C-9)	>= 44-54 % (m/m)	Idem				
Tilsiter (C-11)	>= 51-56 % (m/m)	Idem				
St Paulin (C-13)		Idem				
Provolone (C-15)	>= 20 % (m/m) >= 24 % (m/m)	Idem				
Cottage Cheese (C-16)						
- Cottage cheese	Dans la fourchette allant de : >= 42-52 % (m/m)	Idem				
- Cottage cheese caillé sec		Idem				
Coulommiers (C-18)	>= 25 %	Idem				
Fromage à la crème (C-31)	Dans la fourchette allant de : >= 38-51 % (m/m)	Idem				
Camembert (C-33)	>= 42-51 % (m/m)	Idem				
Brie (C-34)		Idem				
Mozzarella						
- haute teneur en humidité	>= 24-38 % (m/m)	Idem				
- faible teneur en humidité	>= 31-53 % (m/m)	Idem				

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE	PRINCIPE	NOTE	TYPE	ETAT
Fromage a la creme	Humidité du produit dégraissé ≥ 67 % (m/m)	FIL 4A:1982 ISO 5534:1985 AOAC toutes méthodes FIL 5B:1986 ISO 1735:1987 AOAC 993.5	Calcul, détermination de la teneur en matière grasse et en eau, calcul du produit dégraissé	Méthodes en cours de révision		
[Lait concentré sucré avec graisse végétale/Mélange de lait concentré sucré avec graisse végétale]	Teneur totale en matière grasse ≥ [7-8] % (m/m)	FIL 13C:1987 (révisée en fonction de ISO 1737) ISO 1737:1999 AOAC 920.115F	Gravimétrie (Röse Gottlieb)		II	A
	La teneur en extrait sec dégraissé du lait (y compris l'eau de cristallisation du lactose) ≥ 20 % (m/m)	FIL 15B:1991 ISO 6734:1989 ISO 1737:1999	Calcul, détermination de la teneur en matière grasse et en eau, calcul de la teneur en extrait sec dégraissé	La question a été soulevée par le CCMAS (voir rapport ci dessus).	I	A
	Protéines du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ≥ 34 % (m/m)	AOAC 920.115G	Titrimétrie, (Kjeldahl)			
[Lait écrémé concentré non sucré avec graisse végétale/Mélange de lait écrémé concentré non sucré avec graisse végétale]	Teneur totale en matière grasse ≥ [6-8] % (m/m)	FIL 13C:1987 (révisée en fonction de 1737) ISO 1737:1999 AOAC 945.48G	Gravimétrie (Röse Gottlieb)		II	A
	Teneur en extrait sec dégraissé du lait (y compris l'eau de cristallisation du lactose) ≥ [17,5-20] % (m/m)	FIL 21B:1987 ISO 6731:1989 AOAC 925.23A ISO 2450:1999	Calcul, détermination de la teneur en matière grasse et en eau, calcul de la teneur en extrait sec dégraissé			
	Protéines du lait dans l'extrait sec dégraissé = 34 % (m/m)	AOAC 945.48H	Titrimétrie, (Kjeldahl)		I	A

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE	PRINCIPE	NOTE	TYPE	ETAT
[Lait écrémé en poudre avec graisse végétale/Mélange de lait écrémé en poudre avec graisse végétale] (à la fois pour les produits laitiers écrémés et les produits laitiers partiellement écrémés)	Teneur totale en matière grasse >= 26 % (m/m)	FIL 9C (révisée en fonction de ISO 1736) ISO 1736:2000 AOAC 932.06	Gravimétrie (Röse Gottlieb)			
	Eau* <= 5 % (m/m)	En cours de révision pour devenir ISO 5537 FIL 26	Gravimétrie, dessiccation à 102°C	La méthode est pour l'extrait sec total du lait		
	Protéines du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait*	ISO 8968-1+3:FIL 20-1+3:2001 AOAC 930.29A	Titrimétrie, (Kjeldahl)	La méthode est applicable pour tous les types de produits laitiers mais validée seulement pour le lait.	I	A

* Extrait sec du lait et extrait sec dégraissé du lait, y compris l'eau de cristallisation du lactose