



**PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES
COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE**

Quarante et unième session

Budapest, Hongrie, 11 - 15 mai 2020

**CONFIRMATION DES DISPOSITIONS RELATIVES AUX MÉTHODES D'ANALYSE ET PLANS
D'ÉCHANTILLONNAGE FIGURANT DANS LES NORMES CODEX**

1. Le présent document décrit les méthodes d'analyse (Annexes I, II, III et IV) proposées par les Comités suivants:

- Comité FAO/OMS de coordination pour l'Afrique (méthodes d'analyse pour les dispositions dans l'avant-projet de norme pour la viande séchée) ;
 - Comité FAO/OMS de coordination pour l'Amérique du Nord et le Pacifique Sud-Ouest (méthodes d'analyse pour les dispositions dans le projet de norme régionale pour le jus de noni fermenté et le projet de norme régionale pour les produits du kava à usage de boisson lorsqu'ils sont mélangés à de l'eau) ;
 - Comité FAO/OMS de coordination pour le Proche-Orient (méthodes d'analyse pour les dispositions dans le projet de norme régionale pour le zaatar) ;
- et
- Comité du Codex sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime (méthodes d'analyse pour les dispositions de la norme pour les préparations destinées aux nourrissons et les préparations données à des fins médicales spéciales aux nourrissons)

**VINGT-TROISIÈME SESSION DU COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'AFRIQUE
(CCAFRICA)¹**

Méthodes d'analyse pour les dispositions dans l'avant-projet de norme pour la viande séchée

2. Le Comité **est invité à confirmer** les méthodes d'analyse présentes dans l'Annexe I.

**QUINZIÈME SESSION DU COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'AMÉRIQUE DU NORD ET
LE PACIFIQUE SUD-OUEST (CCNASWP)²**

Méthodes d'analyse pour les dispositions dans l'avant-projet projet de norme régionale pour le jus de noni fermenté et l'avant projet de norme régionale pour les produits du kava à usage de boisson lorsqu'ils sont mélangés à de l'eau

3. Le Comité **est invité à confirmer** les méthodes d'analyse présentes dans l'Annexe II.

DIXIÈME SESSION DU COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR LE PROCHE-ORIENT (CCNE)³

Méthodes d'analyse pour les dispositions dans l'avant-projet de norme régionale pour le zaatar

4. Le Comité **est invité à confirmer** les méthodes d'analyse présentes dans l'Annexe III.

¹ REP20/AFRICA, par. 102 ii) et Annexe V

² REP20/NASWP, par. 83 ii), 96 iii) et Annexe II, III

³ REP20/NE, par. 87 ii) et Annexe IV

QUARANTE ET UNIÈME SESSION DU COMITÉ DU CODEX SUR LA NUTRITION ET LES ALIMENTS DIÉTÉTIQUES OU DE RÉGIME (CCNFSDU)***Méthodes d'analyse pour les dispositions de la Norme pour les préparations destinées aux nourrissons et les préparations données à des fins médicales spéciales aux nourrissons (CXS 72-1981)⁴***

5. Le Comité est convenu de soumettre les méthodes pour la thiamine, la riboflavine, la niacine, la vitamine B6, la choline, la carnitine, le bêta-carotène, le lycopène, les fructanes et la biotine au Comité du Codex pour les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) pour examen, confirmation et incorporation dans les *Méthodes d'analyse et d'échantillonnage recommandées* (CXS 234-1999) ; et de demander au CCMAS de saisir à nouveau les méthodes existantes de Type II existantes pour les éléments nutritifs susmentionnés comme méthode de Type III dans la norme CXS 234-1999 ; et d'informer le CCMAS qu'il peut inclure la méthode AOAC 2011.14 / ISO 15151 | IDF 229 pour le calcium, le cuivre, le fer, le magnésium, le manganèse, le phosphore, le potassium, le sodium et le zinc comme méthode de Type III dans la norme CXS 234-1999.

6. Le Comité **est invité à confirmer** les méthodes d'analyse et d'examiner la saisie consécutive des méthodes existantes dans l'Annexe IV.

⁴ REP20/NFSDU, par. 197

ANNEXE I

VINGT-TROISIÈME SESSION DU COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'AFRIQUE (CCAFRICA)

Méthodes d'analyse pour les dispositions dans l'avant-projet de norme pour la viande séchée

10. MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

Méthode	Intitulé	PRINCIPES	TYPE
AOAC 988.05	Détermination de la teneur en humidité	Gravimétrie	I
ISO 1443 (AOAC 960.39)	Détermination des matières grasses brutes	Gravimétrie	I
AOAC 928.08	Détermination des protéines brutes	Kjeldhal	II
ISO 937	Détermination des protéines brutes	Titrimétrie	II
ISO 1841-1 et ISO 1841-2	Détermination de la teneur en sel de qualité alimentaire	Potentiométrique/ Méthode Volhard	II
AOAC 940.26	Détermination de la teneur en cendres	Gravimétrie	I
ISO 18787	Détermination de l'activité de l'eau	Potentiométrique	II

ANNEXE II

QUINZIÈME SESSION DU COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'AMÉRIQUE DU NORD ET LE PACIFIQUE SUD-OUEST (CCNASWP)

Méthodes d'analyse pour les dispositions dans l'avant-projet de norme régionale pour le jus de noni fermenté

10. MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

10.1 Méthodes d'analyse

Disposition	Méthode	Principe	Type	Notes
Valeur Brix	AOAC 983.17	Réfractométrie	I	Adoptée pour les jus et nectars de fruit
Indice de pH	NMKL 179	Potentiométrie	II	Adoptée pour les jus et nectars de fruit
Éthanol	IFUMA 52	Dosage enzymatique	II	Adoptée pour les jus et nectars de fruit
Identification de la scopolétine	Annexe A*	Chromatographie sur couche mince	IV	
Identification de l'acide déacétylaspérulosidique	Annexe B*	Chromatographie sur couche mince	IV	

IDENTIFICATION DE LA SCOPOLÉTINE

1. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

- 1.1 Écraser le fruit du noni. Réaliser une extraction sur deux grammes de fruit écrasé en le mélangeant deux fois avec 125 millilitres de méthanol. Concentrer l'extrait méthanolique par évaporation sous vide. Dissoudre à nouveau l'extrait dans une petite quantité de méthanol, par exemple 10 millilitres.
- 1.2 Filtrer le jus de noni sur une membrane filtrante de 0,45 µm puis purifier par extraction en phase solide au moyen de cartouches Waters OASISS® ou de cartouches d'extraction en phase solide similaires. [Les cartouches d'extraction en phase solide sont d'abord équilibrées avec de l'eau, puis du méthanol. Les échantillons sont ensuite chargés sur la cartouche et lavés avec du méthanol à 5 pour cent, puis du méthanol à 100 pour cent. L'éluat méthanolique est conservé pour l'analyse par CCM.]
- 1.3 Réaliser une extraction sur un gramme de poudre de fruit du noni avec 5 millilitres de méthanol. Filtrer l'extrait méthanolique puis évaporer le solvant sous vide à 50 °C jusqu'à obtenir un extrait sec. Dissoudre l'extrait sec dans un millilitre de méthanol.

2. PRÉPARATION DU TÉMOIN

- 2.1 Préparer une solution témoin par dissolution d'1 mg de scopolétine dans 1 millilitre de méthanol.
- 2.2 Il est aussi possible de préparer ce témoin à partir de matériel végétal de référence certifié de *Morinda citrifolia* en suivant la même méthode que pour les échantillons à analyser. Le matériel végétal de référence certifié de *Morinda citrifolia* devrait provenir de la même partie de la plante que les échantillons à analyser.

3. IDENTIFICATION

3.1 CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE

Déposer 5 microlitres de chacune des solutions (échantillon et témoin) sur une plaque de chromatographie sur couche mince (CCM) en gel de silice [60 F254] préalablement séchée dans une étuve à 110 °C pendant 15 minutes. [Éluer la plaque avec une phase mobile dichlorométhane:méthanol (19:1, v/v).] Révéler les vives colorations bleues fluorescentes sur la plaque éluee au moyen d'une lampe à UV (365 nm). Identifier la scopolétine en comparant les taches des échantillons aux valeurs R_f et aux couleurs des taches obtenues avec le témoin.

RÉFÉRENCES

1. Deng S., West B. J., Jensen J. A Quantitative Comparison of Phytochemical Components in Global Noni Fruits and Their Commercial Products. *Food Chemistry* 2010, 122 (1): 267-270.
2. Potterat O., *et al.* Identification of TLC markers and quantification by HPLC-MS of various constituents in noni fruit powder and commercial noni-derived products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 2007, 55(18):7489-7494.
3. Basar S., Westendorf J. Identification of (2E, 4Z, 7Z)-Decatrienoic Acid in Noni Fruit and Its Use in Quality Screening of Commercial Noni Products. *Food Analytical Methods* 2011, 4(1):57-65. DOI: 10.1007/s12161-010-9125-9.
4. Chan-Blanco Y., *et al.* The ripening and aging of noni fruits (*Morinda citrifolia* L.): microbiological flora and antioxidant compounds. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 2007, 87:1710-1716.
5. West B. J., Deng S. Thin layer chromatography methods for rapid identity testing of *Morinda citrifolia* L. (noni) fruit and leaf. *Advance Journal of Food Science and Technology* 2010, 2(5):298-302.

IDENTIFICATION DE L'ACIDE DÉACÉTYLASPÉRULOSIDIQUE

1. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

- 1.1 Écraser le fruit du noni. Réaliser une extraction sur deux grammes de fruit écrasé en le mélangeant deux fois avec 125 millilitres de méthanol. Concentrer l'extrait méthanolique par évaporation sous vide. Dissoudre à nouveau l'extrait dans une petite quantité de méthanol, par exemple 10 millilitres.
- 1.2 Filtrer le jus de noni sur une membrane filtrante de 0,45 µm puis purifier par extraction en phase solide au moyen de cartouches Waters OASISS® ou de cartouches d'extraction en phase solide similaires. [Les cartouches d'extraction en phase solide sont d'abord équilibrées avec de l'eau, puis du méthanol. Les échantillons sont ensuite chargés sur la cartouche et lavés avec du méthanol à 5 pour cent, puis du méthanol à 100 pour cent. L'éluat méthanolique est conservé pour l'analyse par CCM.]
- 1.3 Réaliser une extraction sur un gramme de poudre de fruit du noni avec 5 millilitres de méthanol. Filtrer l'extrait méthanolique puis évaporer le solvant sous vide à 50 °C jusqu'à obtenir un extrait sec. Dissoudre l'extrait sec dans un millilitre de méthanol.

2. PRÉPARATION DU TÉMOIN

- 2.1 Préparer une solution témoin par dissolution d'1 mg d'acide déacétylaspérulosidique dans 1 millilitre de méthanol.
- 2.2 Il est aussi possible de préparer ce témoin à partir de matériel végétal de référence certifié de *Morinda citrifolia* en suivant la même méthode que pour les échantillons à analyser. Le matériel végétal de référence certifié de *Morinda citrifolia* devrait provenir de la même partie de la plante que les échantillons à analyser.

3. IDENTIFICATION

3.1 CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE

Déposer 5 microlitres de chacune des solutions (échantillon et témoin) sur une plaque de chromatographie sur couche mince (CCM) en gel de silice [60 F254] préalablement séchée dans une étuve à 110 °C pendant 15 minutes. [Éluer la plaque avec une phase mobile dichlorométhane:méthanol:eau (13:6:1, v/v).] Pulvériser une solution d'éthanol contenant 2 pour cent d'anisaldéhyde et 10 pour cent d'acide sulfurique sur la plaque éluée, puis chauffer dans une étuve à 110 °C pendant 1 minute pour révéler la coloration bleue. Identifier l'acide déacétylaspérulosidique en comparant les taches des échantillons aux valeurs R_f et aux couleurs des taches obtenues avec le témoin.

RÉFÉRENCES

1. Potterat O., *et al.* Identification of TLC markers and quantification by HPLC-MS of various constituents in noni fruit powder and commercial noni-derived products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 2007, 55(18):7489-7494.
2. Deng S., *et al.* Determination and comparative analysis of major iridoids in different parts and cultivation sources of *Morinda citrifolia*. *Phytochemical Analysis* 2011, 22(1):26-30.
3. West B. J., Deng S. Thin layer chromatography methods for rapid identity testing of *Morinda citrifolia* L. (noni) fruit and leaf. *Advance Journal of Food Science and Technology* 2010, 2(5):298-302.

Méthodes d'analyse pour les dispositions dans l'avant-projet de norme régionale pour les produits du kava à usage de boisson lorsqu'ils sont mélangés à de l'eau

8. MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

Disposition	Méthode	Principe	Type
Variétés nobles du kava	<p>Lebot V., Legendre L. (2016). Comparison of kava (<i>Piper methysticum</i> Forst.) varieties by UV absorbance of acetonic extracts and high-performance thin-layer chromatography. <i>Journal of Food Composition and Analysis</i> 48:25-33. http://dx.doi.org/10.1016/j.jfca.2016.01.009</p> <p>et</p> <p>Lebot V., Michalet S., Legendre L. (2019). Kavalactones and flavokavins profiles contribute to quality assessment of kava (<i>Piper methysticum</i> G.Forst.), the traditional beverage of the Pacific. <i>Beverages</i> 2019, 5, 34; https://doi.org/10.3390/beverages5020034</p>	<p>Chromatographie sur couche mince à haute résolution</p> <p>et/ou absorbance UV d'extraits dans l'acétone, mesurée à 440 nm (inférieure ou égale à 0,9)</p>	IV
Humidité	The Fiji Kava Standard 2017 . Section 8.1	Gravimétrie	I
[Flavokavines	<p>Lebot V., Legendre L. (2016). Comparison of kava (<i>Piper methysticum</i> Forst.) varieties by UV absorbance of acetonic extracts and high-performance thin-layer chromatography. <i>Journal of Food Composition and Analysis</i> 48:25-33. http://dx.doi.org/10.1016/j.jfca.2016.01.009</p> <p>et</p> <p>Lebot V., Michalet S., Legendre L. (2019). Kavalactones and flavokavins profiles contribute to quality assessment of kava (<i>Piper methysticum</i> G.Forst.), the traditional beverage of the Pacific. <i>Beverages</i> 2019, 5, 34; https://doi.org/10.3390/beverages5020034</p>	<p>Chromatographie sur couche mince à haute résolution</p> <p>et/ou absorbance UV d'extraits dans l'acétone, mesurée à 440 nm (inférieure ou égale à 0,9)</p>	IV

ANNEXE III

DIXIÈME SESSION DU COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR LE PROCHE-ORIENT (CCNE)

Méthodes d'analyse pour les dispositions dans l'avant-projet de norme régionale pour le zaatar

8. MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

Mesure	Méthode	Principe	Type*
Chlorure de sodium	AOAC 960.29	Titrimétrie (Mohr: dosage du chlorure, sous la forme de chlorure de sodium)	
Humidité	AOAC 925.10	Gravimétrie, séchage à 130 °C	
Cendres insolubles dans l'acide	AOAC 941.12	Gravimétrie, incinération à 550 °C (pour le résidu incinéré insoluble dans l'acide chlorhydrique)	
Matières étrangères endogènes	ISO 927	Examen visuel puis volumétrie	I
Matières étrangères exogènes	ISO 927	Examen visuel puis volumétrie	I
Insectes/déjections/fragments d'insectes	Méthode de l'AOAC adaptée à certaines épices, chapitre 16, sous-chapitre 14 NIMP 8 - Détermination de la situation d'un organisme nuisible dans une zone	Examen visuel	IV
Dommages causés par des moisissures	Method V-8 - Spices, Condiments, Flavors and Crude Drugs (Macroanalytical Procedure Manual, USFDA, Technical Bulletin Number 5) (Méthode établie par l'administration des États-Unis chargée des produits alimentaires et pharmaceutiques)	Examen visuel (produit entier)	IV
Déjections de mammifères	Macroanalytical Procedure Manual, USFDA, Technical Bulletin Number 5, V.39 B (Méthode établie par l'administration des États-Unis chargée des produits alimentaires et pharmaceutiques)	Examen visuel	IV
Autres déjections	(produit entier) AOAC 993.27 (produit broyé)	Méthode de détection enzymatique	IV

ANNEXE IV

QUARANTE ET UNIÈME SESSION DU COMITÉ DU CODEX SUR LA NUTRITION ET LES ALIMENTS DIÉTÉTIQUES OU DE RÉGIME (CCNFSDU)

Méthodes d'analyse pour les préparations destinées aux nourrissons

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type proposé
Préparations destinées aux nourrissons	Thiamine	AOAC 2015.14 / ISO DIS 21470	Digestion enzymatique et Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse	II
		EN 14122	Chromatographie liquide à haute performance avec dérivation pré- ou post-colonne et conversion en thiochrome	II III
		AOAC 986.27	Fluorimétrie	III
	Riboflavine	AOAC 2015.14 / ISO DIS 21470	Digestion enzymatique et Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse	II
		EN 14152	CLHP	II III
		AOAC 985.31	Fluorimétrie	III
	Niacine	AOAC 2015.14 / ISO DIS 21470	Digestion enzymatique et Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse	II
		EN 15652	CLHP	II III
		AOAC 985.34	Essai microbiologique et turbidimétrie	III
	Vitamine B ₆	AOAC 2015.14 / ISO DIS 21470	Digestion enzymatique et Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse	II
		AOAC 2004.07 / EN 14164	CLHP	II III
		AOAC 985.32	Essai microbiologique	III
		EN 14166	Essai microbiologique	III
	Choline	AOAC 2015.10 / ISO DIS 21468	Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse	II
		AOAC 999.14	Méthode enzymatique et colorimétrique avec une applicabilité limitée en raison de la concentration en choline et en ascorbate	II III
	Carnitine	AOAC 2015.10 / ISO DIS 21468	Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse	II
Fructanes	AOAC 2016.14 / ISO DIS 22579 IDF 241	Digestion enzymatique et Chromatographie à haute performance par échange d'anions couplée à la détection par ampérométrie pulsée	II	

	Bêta carotène	AOAC 2016.13 / ISO DIS 23443	UHPLC	II
	Lycopène	AOAC 2016.13 / ISO DIS 23443	UHPLC	II
	Biotine	AOAC 2016.02 / ISO 23305	CLHP-UV	II
		EN 15607	CLHP-fluorescence	III