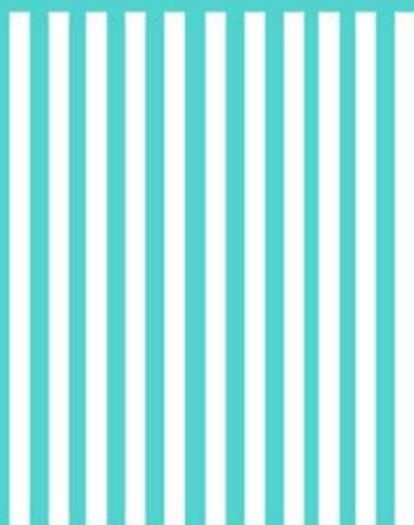


Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires

**COMITÉ MIXTE FAO/OMS  
D'EXPERTS GOUVERNEMENTAUX  
SUR LE CODE DE PRINCIPES  
CONCERNANT LE LAIT ET LES  
PRODUITS LAITIERS**

Rapport de la dix-neuvième session

Tenue à Rome, Italie, 12-17 juin 1978



ORGANISATION DES NATIONS UNIES POUR L'ALIMENTATION ET L'AGRICULTURE  
ORGANISATION MONDIALE DE LA SANTÉ

Rome



RAPPORT  
de la  
DIX-NEUVIEME SESSION  
du  
COMITE MIXTE FAO/OMS D'EXPERTS GOUVERNEMENTAUX  
SUR LE CODE DE PRINCIPES  
CONCERNANT LE LAIT ET LES PRODUITS LAITIERS

tenue au Siège de la FAO  
Rome (Italie)  
12-17 juin 1978

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

Les appellations employées dans cette publication et la présentation des données qui y figurent n'impliquent de la part de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture aucune prise de position quant au statut juridique des pays, territoires, villes ou zones, ou de leurs autorités, ni quant au tracé de leurs frontières ou limites.

M-83

ISBN 92-5-200661-3

Reproduction interdite, en tout ou en partie, par quelque procédé que ce soit, sans l'autorisation écrite de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture, seule détentrice des droits. Adresser une demande motivée au Directeur de la Division des publications. Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture. Via delle Terme di Caracalla, 00100 Rome, Italie, en indiquant les passages ou illustrations en cause.

© FAO 1978

TABLE DES MATIERES	<u>Page</u>
Résumé des questions appelant une action de la part des gouvernements	V
Introduction	1
Election du Bureau	1
Adoption de l'ordre du jour	1
Acceptation du Code de Principes et des normes connexes	1
Détail des acceptations des normes internationales individuelles pour le fromage	4
Nouvelle version de la Norme générale pour le fromage - A-6	5
Norme pour le fromage à pâte extra-dure à râper à l'étape 6 de la Procédure de la Commission - C-35	8
Nouvelles versions des Normes générales pour les fromages fondus - A-8(a), (b) et (c)	9
Code d'usages en matière d'hygiène pour le lait en poudre	11
Projet de spécifications microbiologiques pour les produits laitiers déshydratés	13
Plans d'échantillonnage et limites microbiologiques	13
Questions découlant de la douzième session de la Commission du Codex Alimentarius - Travaux futurs du Comité	14
Activités futures	14
Pâtes à tartiner à faible teneur en matière grasse	17
Laits imitation	17
Normes internationales individuelles pour les fromages	18
Révision de la Norme pour le Cream cheese	18
Projet de norme pour la caséine alimentaire coprécipitée	18
Définition de la pasteurisation, de la stérilisation et des procédés UHT	18
Coopération FIL/ISO/AOAC dans le domaine des méthodes d'analyse et d'échantillonnage	18
Acceptation des normes pour les produits laitiers - signification des dérogations spécifiées	19
Date et lieu de la prochaine session	20
<u>ANNEXE I</u>	
Liste des participants	21
<u>ANNEXE II</u>	
Norme générale recommandée pour le fromage - A-6	28
<u>ANNEXE III-A</u>	
Norme générale recommandée pour le fromage fondu et le fromage fondu pour tartine portant un nom de variété	31
<u>ANNEXE III-B</u>	
Norme générale recommandée pour le "fromage fondu" et le "fromage fondu pour tartine"	35
<u>ANNEXE III-C</u>	
Norme générale recommandée pour les préparations à base de fromage fondu (Process(ed) cheese food and process(ed) cheese spread)	38
<u>ANNEXE IV</u>	
Norme internationale pour le fromage à pâte extra-dure à râper - C-35	41

<u>ANNEXE V</u>	43
Proposition de la délégation du Danemark (Décision No. 6)	
<u>ANNEXE VI</u>	
Projet de code d'usages en matière d'hygiène pour le lait en poudre	44
<u>ANNEXE VII</u>	
Collaboration FIL/ISO/AOAC dans le domaine des méthodes d'échantillonnage et d'analyse	60
<u>ANNEXE VIII</u>	
Etat des acceptations	62
<u>ANNEXE IX-A</u>	
Caséines et caséinates - Détermination de la teneur en lactose	65
<u>ANNEXE IX-B</u>	
Caséines et caséinates - Détermination de la teneur en eau	70
<u>ANNEXE IX-C</u>	
Caséines présure et caséinates - Détermination des cendres	72
<u>ANNEXE IX-D</u>	
Caséines - Détermination des "cendres fixes"	74
<u>ANNEXE IX-E</u>	
Caséines et caséinates - Détermination de la teneur en protéines	76
<u>ANNEXE IX-F</u>	
Caséines - Détermination de l'acidité libre	79
<u>ANNEXE IX-G</u>	
Lait et produits laitiers - Détermination du lactose en présence d'autres substances réductrices	81
<u>ANNEXE IX-H</u>	
Lait en poudre - Détermination de l'acidité titrable	86
<u>ANNEXE IX-I</u>	
Fromages - Détermination des teneurs en nitrates et en nitrites	88
<u>ANNEXE IX-J</u>	
Matière grasse de lait déshydratée - Détermination de l'indice de peroxyde	94
<u>ANNEXE IX-K</u>	
Beurre - Détermination des teneurs en eau, en matière sèche non grasse et en matière grasse sur la même prise d'essai	97
<u>ANNEXE X</u>	
Matières grasses du lait - Détection des matières grasses végétales au moyen de l'essai à l'acetate de phytostérol (Méthode B-16)	100
<u>ANNEXE XI</u>	
Matières grasses du lait - Détection des matières grasses végétales par chromatographie en phase gazeuse des stérols (Méthode B-17)	106
<u>ANNEXE XII</u>	
Fromage - Détermination de la teneur en chlorures (Méthode B-18)	112

## RESUME DES QUESTIONS APPELANT UNE ACTION DE LA PART DES GOUVERNEMENTS

1. Les gouvernements sont invités à communiquer leurs observations pour le 31 octobre 1979 au plus tard. Toutes les communications devraient, si possible, être envoyées en double exemplaire et adressées au Secrétaire technique du Comité sur le Code de principes concernant le lait et les produits laitiers, Division de la Production et de la santé animale, FAO, Rome.
2. Les gouvernements peuvent formuler des observations au sujet de toute question qu'ils désireraient soulever.

Le Comité est convenu de demander des observations sur les points spécifiques ci-après:

Nouvelle version de la	- Soumise aux gouvernements pour acceptation
- Norme générale recommandée pour le fromage, A-6	(voir par. 13 à 41 du présent rapport et fromage, A-6 Annexe II)
- Norme générale recommandée A-8(a) pour fromage fondu et le fromage fondu pour tartine portant un nom de variété	(voir par. 53 à 75 du présent rapport et Annexes III-A, III-B et III-C)
- Norme générale recommandée A-8(b) pour le fromage fondu et le fromage fondu pour tartine	" " "
- Norme générale recommandée A-8(c) pour les préparations à base de fromage fondu	" " "
à l'étape 7 de la procédure du Comité pour l'élaboration des normes intéressant le lait et les produits laitiers	" " "
S'ils envisagent d'accepter les normes de composition A-1 à A-7, A-9, A-10, A-11(a) et A-11(b), les gouvernements devraient tenir compte de la Décision No. 5 (voir 7ème édition du Code de principes et par. 65 à 70 du rapport de la 17ème Session)	
- Normes de composition A-1 à A-5 et A-7, - nouvelles versions soumises à l'étape 7 de la procédure précitée	- Les gouvernements devraient continuer à notifier leurs acceptations ou à les confirmer (voir 7ème édition du Code de Principes)
- Norme de composition A-10 pour la crème en poudre à l'étape 7 de la procédure précitée	- Les gouvernements devraient continuer à notifier leur acceptation (voir 7ème édition du Code de principes)
- Norme de composition A-11(a) pour le 7 de la procédure précitée	- Les gouvernements devraient continuer à notifier leur acceptation (voir rapport de la 17ème session, Annexe VII)

<ul style="list-style-type: none"> <li>- Norme de composition A-11(b) pour le yogourt aromatisé, à l'étape 7 de procédure précitée</li> <li>- Norme de composition A-9 pour la crème à l'étape 7 de la procédure précitée</li> <li>- Norme de composition A-12 pour la caséine acide alimentaire à l'étape 7 de la procédure précitée</li> <li>- Norme de composition A-13 pour les caséinates alimentaires, à l'étape 7 de la procédure précitée</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Les gouvernements devraient continuer à notifier leur acceptation (voir rapport de la 8ème session, Annexe III)</li> <li>- Les gouvernements devraient continuer à notifier leur acceptation (voir rapport de la 18ème session, Annexe IV)</li> <li>- Les gouvernements devraient continuer à notifier leur acceptation (voir rapport de la 18ème session, Annexe V)</li> <li>- Les gouvernements devraient continuer à notifier leur acceptation (voir rapport de la 18ème session, Annexe VI)</li> </ul>
<p><u>Normes internationales individuelles pour les fromages</u></p>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>- C-1 à C-25 et C-26 à C-34 à l'étape 7 de la procédure d'élaboration des normes internationales individuelles pour les fromages</li> <li>- C-35 Fromage à pâte extra-dure à râper</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Les gouvernements devraient continuer à notifier leurs acceptations. (Voir CAC/ ; C1-C25(1972) Normes internationales recommandées pour les fromages et acceptations des gouvernements, Annexes VII-A ; à VII-E du rapport de la 15ème session ! et Annexes V-A à V-D du rapport de la 16ème session. Voir aussi par. 111 du rapport de la 17ème session et par. 25 à 35 du rapport de la 18ème session)</li> <li>- Soumise aux gouvernements pour acceptation (voir par. 42 à 52 du présent rapport et Annexe IV)</li> </ul>
<p><u>Méthodes d'analyse normalisées</u></p>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>- B-1 à B-8 et B-10 à B-15</li> <li>- Matière grasse du lait, détection des graisses végétales par le test au phytostérol, méthode normalisée B-16</li> <li>- Matière grasse du lait, détection des graisses végétales par la chromatographie gaz-liquide des stérols, méthode normalisée B-17 )</li> <li>- Fromage, détermination de la teneur en chlorures, méthode normalisée B-18</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Les gouvernements devraient continuer à notifier leurs acceptations (voir 7ème édition du Code de Principes)</li> <li>- Les gouvernements devraient continuer à notifier leurs acceptation (voir Annexes X, XI et XII respectivement)</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Fromage, détermination de la teneur en nitrites et nitrates</li> <li>- Graisse de lait anhydre, détermination de l'indice de peroxyde</li> <li>- Beurre - Teneurs en eau, matière sèche non grasse et en matière grasse sur la même grise d'essai</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Soumise aux gouvernements pour acceptation (voir Annexes IX-I, IX-J et IX-K du présent rapport)</li> </ul>

<ul style="list-style-type: none"> <li>- Caséines et caséinates, détermination de la teneur en eau</li> <li>- Caséines présure et caséinates, détermination des cendres</li> <li>- Caséines, détermination des "cendres fixes"</li> <li>- Caséines et caséinates, détermination de la teneur en protéines</li> <li>- Caséines, détermination de l'acidité libre</li> <li>- Lait et produits laitiers, détermination du lactose en présence d'autres substances réductrices</li> <li>- Lait en poudre, détermination de l'acidité titrable</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Textes révisés à soumettre au Comité pour approbation (voir Annexes IX-B à IX-H du présent rapport)</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Caséines et caséinates - Lactose</li> <li>- <u>Produits laitiers d'imitation</u></li> <li>- <u>Pasteurisation, stérilisation, procédés UHT</u></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Soumise aux gouvernements pour observations (voir Annexe IX-A)</li> <li>- Les gouvernements devraient formuler leurs observations sur la Décision No. 6 proposée (voir par. 116 du présent rapport et Annexe V)</li> <li>- Les gouvernements devraient fournir des informations sur leur législation nationale concernant la définition de pasteurisation, stérilisation et procédés UHT (voir par. 122 du présent rapport)</li> </ul>

RAPPORT DE LA  
DIX-NEUVIEME SESSION DU COMITE MIXTE FAO/OMS D'EXPERTS  
GOVERNEMENTAUX SUR LE CODE DE PRINCIPES CONCERNANT LE LAIT ET  
LES PRODUITS LAITIERS

Rome, 12-17 juin 1978

INTRODUCTION

1. Le Comité mixte FAO/OMS d'experts gouvernementaux sur le Code de principes concernant le lait et les produits laitiers a tenu sa dix-neuvième session du 12 au 17 juin 1978 au siège de la FAO, à Rome. Ont assisté à la session 107 participants, y compris les représentants et observateurs de 39 pays et les observateurs de 6 organisations (la liste des participants est reproduite à l'Annexe I).
2. Les travaux du Comité ont été dirigés par son Président, M. T.L. Hall (Nouvelle-Zélande) et ses deux Vice-Présidents, MM. K.P. Andersen (Danemark) et A. Farkondeh (Iran). MM. F. Winkelmann (FAO), W.L. de Haas (Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires) et L. Reinius (OMS) ont exercé les fonctions de co-secrétaires.
3. La dix-neuvième session du Comité a été convoquée par les Directeurs généraux de la FAO et de l'OMS. M. G.O. Kermode, actuellement responsable de la Division des politiques alimentaires et de la nutrition, a ouvert la session, passé brièvement en revue le programme de travail du Comité et fait le point des progrès accomplis par la Commission du Codex Alimentarius sur les normes et leur acceptation par les gouvernements, le Programme international de coordination du développement laitier (ISCDD) et les activités du Programme FAO de formation laitière. M. Kermode a signalé en particulier que la Commission avait, à sa douzième session, examiné l'orientation de ses travaux, notamment eu égard aux comités Codex de produits et au Comité d'experts gouvernementaux sur le Code de principes. Les discussions de la Commission sur les travaux de ce Comité sont exposées dans le document MDS 78/3(c), qui contient un extrait du rapport de la Commission. M. Kermode s'est félicité qu'à l'occasion de la Commission, de nombreux délégués aient marqué leur appréciation pour l'excellent travail réalisé par le Comité, qui a été le premier à démontrer la possibilité de parvenir à un accord international sur les normes alimentaires et de les faire accepter par les gouvernements. La plupart des délégations ont toutefois estimé que le Comité avait achevé l'essentiel de sa tâche. La Commission a été d'avis que le Comité ne devrait pas s'engager dans de nouvelles études, mais qu'il devrait terminer en une ou deux sessions ses travaux en cours sur les questions importantes. Le Comité s'ajournerait alors sine die et serait réactivé lorsque cela serait jugé nécessaire.
4. Dans son exposé introductif, le Président du Comité a exprimé sa fierté des résultats obtenus, qui ont conduit la Commission à considérer que le Comité s'était pratiquement acquitté de ses tâches principales. M. Hall a en particulier remercié M. E. Green (Royaume-Uni) et son Groupe de travail sur la révision de la Norme générale pour le fromage de l'excellent travail qu'ils ont accompli entre la dernière et l'actuelle session du Comité, travail qui a été essentiel pour que cette norme puisse être définitivement mise au point au cours de la présente session.

Election du Président et des Vice-présidents de la vingtième session

5. Le Comité a élu à l'unanimité M. K. Andersen (Danemark) aux fonctions de Président du Comité, pour un mandat allant de la fin de la dix-neuvième à la fin de la

vingtième session. Le Comité a également élu à l'unanimité MM. A. Farkhondeh (Iran) et J.M. Ng'ang'a (Kenya) aux fonctions de premier et deuxième Vice-Présidents respectivement, pour un mandat de la même durée. Le Comité a exprimé sa gratitude au Président et aux deux-Vice-Présidents sortants.

#### Adoption de l'ordre du jour

6. A la suite d'une suggestion du Président, l'ordre du jour provisoire a été adopté avec un léger remaniement dans la succession chronologique des points, de façon à examiner en premier lieu les questions les plus importantes.

#### Acceptation du Code de Principes et des normes connexes

7. Le Comité a été informé de l'état le plus récent des acceptations, par les gouvernements, du Code de Principes, ainsi que des normes et des méthodes d'analyse et d'échantillonnage connexes. La situation est la suivante :

<u>8. Code de Principes</u>	<u>Nombre d'acceptation</u>
Groupe I	33
Groupe II	4
Groupe III	35
<u>9. Normes révisées</u>	<u>Acceptées par *</u>
A-1 pour le beurre	- 12 pays: Belgique*, Bulgarie*, Canada*, Finlande, France*, Rép. féd. d'Allemagne*, Iran, Kenya, Pays-Bas*, Nouvelle-Zélande*, Norvège*, Pologne*
A-2 pour la graisse de beurre	- 9 pays: Bulgarie*, Canada, Danemark*, France, Hongrie, Pays-Bas*, Norvège*, Nouvelle-Zélande, Pologne*
A-3 pour le lait concentré	- 10 pays: Canada*, Danemark, Finlande, Rép. féd. d'Allemagne*, Hongrie, Iran, Kenya, Pays-Bas*, Pologne*, Suisse*
A-4 pour le lait concentré sucré	- 12 pays: Belgique*, Bulgarie*, Canada*, Finlande, Rép. féd. d'Allemagne*, Hongrie, Iran, Kenya, Pays-Bas*, Nouvelle-Zélande*, Pologne*, Suisse*
A-5 pour le lait en poudre	- 9 pays: Bulgarie*, Danemark, Rép. féd. d'Allemagne*, Iran, Kenya, Pays-Bas, Nouvelle-Zélande*, Pologne*, Suisse*
A-7 pour les fromages de lactosérum	- 10 pays: Bulgarie*, Canada*, Danemark, Finlande, Rép. féd. d'Allemagne*, Hongrie, Iran, Pays-Bas*, Norvège, Pologne*
<u>Nouvelles normes</u>	
A-9 pour la crème	- 2 pays: Pologne*, Philippines
A-10 pour la crème en poudre	- 5 pays: Bulgarie*, France*, Hongrie, Iran, Nouvelle-Zélande*
A-11(a) pour le yoghourt et le yoghourt sucré	- 4 pays: Argentine*, France*, Iran, Pologne
A-11(b) pour le yoghourt aromatisé-	1 pays: Philippines

- A-12 pour la caséine acide alimentaire - 1 pays: Nouvelle-Zélande
- A-13 pour les caséinates alimentaires - 1 pays: Nouvelle-Zélande

10.	<u>Méthodes d'échantillonnage et d'analyse</u>	<u>Nombre d'acceptations</u>
B-1	Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers	49
B-2	Détermination de la teneur en matière grasse du lait en poudre	48
B-3	Détermination de la teneur en matière grasse du fromage et des fromages fondus	47
B-4	Détermination de l'indice d'acide de la matière grasse du beurre	46
B-5	Détermination de l'indice de réfraction de la matière grasse du beurre	47
B-6	Détermination de la teneur en matière grasse du lait	18
B-7	Détermination de la teneur en matière grasse des laits concentrés et des lait concentrés sucrés	28
B-8	Détermination de la teneur en sel (chlorure de sodium) du beurre	19
B-10	Détermination de la teneur en matière grasse du fromage de lactosérum	8
B-11	Détermination de la teneur en extrait sec du fromage de lactosérum	12
B-12	Détermination de la teneur en phosphore du fromage et des fromages fondus	12
B-13	Détermination de la teneur en acide citrique des fromages et des fromages fondus	12
B-14	Détermination polarimétrique de la teneur en saccharose des laits concentrés sucrés	12
B-15	Détermination de la teneur en matière grasse de la crème	8
B-16	Matière grasse du lait, détection des graisses végétales par le test au phytostéryl	2
B-17	Matière grasse du lait, détection des graisses végétales par la chromatographie gaz-liquide des stérols	2
B-18	Détermination de la teneur en chlorures	2

\* Les pays signalés par un astérisque acceptent les normes en cause tout en émettant des réserves de diverses sortes. Les détails relatifs aux acceptations et les observations des gouvernements seront publiés dans la 8e édition du Code de Principes concernant le lait et les produits laitiers. Le Gouvernement du Malawi envisage d'accepter d'ici cinq ans (acceptation à titre d'objectif) les normes contenues dans la 7e édition du Code de Principes.

11. DETAIL. DES ACCEPTATIONS DES NORMES INTERNATIONALES INDIVIDUELLES POUR LE FROMAGE

Variété de fromage	Belgique	Bulgarie	Brésil	Canada	Danemark	Finlande	France	Allemagne, Rép. Féd.	Hongrie	Iran	Irlande	Kenya	Halte-	Pays-Bas	Nouvelle-Zélande	Norvège	Philippines	Pologne	Espagne	Suede	Suisse	Trinité-et-Tobago	Royaume-Uni	Etats-Unis	Nombre d'acceptations		
C-1 Cheddar	x	x		x	x	x	x	x	o	o				x	o	x			o	o	x	(**)	o	x	19		
C-2 Danablu				x	o	x	x	x	o	o	o				x	o		x	o	o	x	x	(**)	o		15	
C-3 Danbo					o	x	x		o	o	o				x	o			X		x	x	(**)	X		16	
C-4 Edan	o		x	x	o	x	x		o	o	o			o		o		x	o		x	x	(**)	o	x	17	
C-5 Gouda	o	x	x	x	x	x			o	o	o			o				x	o		x	x	(**)	o	x	16	
C-6 Havarti				x	o	x	x		o	o	o				x	o		X		x	x	x	x	x		13	
C-7 Samsøe					o	x	x	x	o	o	o			x	x	o		x	X		x	x	x	x		16	
C-3 Cheshire	o					x			o	o	o		o			o			o	o	x	(**)	o	x	18		
C-9 Emmentaler		x	x	x	x	x	x		o	o	o			o	x	x		x	o		x	(**)	x	x	17		
C-10 Gruyère			x		o	x	o		o	o	o			o		o			o		x			o	x	16	
C-11 Tilsiter			.		o	x	x		o	o				x	x		x				x	x	x	x		12	
C-12 Limburger	x				o	x								x				x				x	x	x	x	13	
C-13 Saint-Paulin						x	x											x		o	x	x	o			8	
C-14 Svecia	x				o	x	x	x	o	o				x	o			x		o	x	x	x	x		14	
C-15 Provolone	x		x		x	x	x											x			x	(**)	x	x	12		
C-16 Cottage cheese y compris le Creamed Cottage Cheese	x						x		o									x			x	(**)	x		8		
C-17 Butterkäse	o				o	x	x		o	o				x	X		x	x				x	x	x		12	
C-18 Coulommiers						x	o		o	o				x	o		x	x			x	x	o			11	
C-19 Gudbrandsdalsost (fromage de lactosérum)					o	x			o	o				x	o		x	o	o	o	x	x				11	
C-20 Harzer Käse						x	x	o	o	o				x	X			o	o	o		x	x	x		12	
C-21 Herrgärdsost					o	x	x		o	o				x	o		x	o	o	o		x	x	x		12	
C-22 Hushällsost					o		x		o	o					o		x	o	o	o		x	x	x		12	
C-2 3 Norvegia					o	X	x		o	o					o		o	x	o	o	x	x	x	x		13	
C-24 Maribo	x				o				o	o		o			x											7	
C-25 Fynbo	x				o				o	o		o			x				x								
C-26 Esrom					o			x	o	o				o	x	o	x	x								9	
C-27 Romadur					o	o		o	o	o				o	x	o	x	x								9	
C-23 Amsterdam					o			x	o	o				o	x	o	x	x								9	
C-29 Leidse					o			x	o	o				o	x	o	x	o								9	
C-30 Frieze					o			x	o	o				o	x	o	x	o								9	
C-31 Cream Cheese				x					o	o											x					4	
C-32 Persillés									o	o											x					4	
C-33 Camembert						o			o	o											x					4	
C-34 Brie					o				o	o				x							x					4	

o - acceptation. x= acceptation avec certaines réserves

(\*\*) = "acceptation à titre d'objectif", selon le Codex; et

x) = tout fromage conforme a la norme en question peut être librement distribué à la Trinité-et-Tobago.

12. Le Comité note que les précédentes versions des normes de composition A1 à A7 ont été acceptées par 45 à 64 pays et il approuve la demande du Secrétariat, à savoir que les gouvernements notifient ou confirment leur acceptation des normes remaniées. Suite à suggestion de la délégation du Danemark, nous donnons à l'Annexe VIII du présent rapport la liste des pays qui ont accepté les précédentes versions des normes.

#### NOUVELLE VERSION DE LA NORME GENERALE POUR LE FROMAGE A-6

13. Le Comité a examiné la Norme générale pour le fromage (A-6) à l'étape 6 de la Procédure. On a rappelé au Comité que, faute de temps, il n'avait pu parvenir à une conclusion, lors de sa dix-huitième session, sur le texte révisé de la norme et qu'il avait demandé à un groupe de travail de préparer une nouvelle version.

14. Ce groupe s'est réuni en octobre 1976, au cours de la session annuelle de la FIL à Québec (Canada). A la suite d'une série d'observations recueillies au sein du groupe, d'autres modifications ont été apportées à la norme, qui a ensuite été publiée avec des notes sur les questions pour lesquelles aucun accord n'avait été trouvé (document MDS 78/4); les observations des gouvernements sur le texte révisé de la norme figurent dans le document MDS 78/4 - Observations, et dans le document de séance LIM.1.

15. Prenant la parole au nom du Comité, le Président a remercié les membres du groupe de travail pour l'ampleur des travaux effectués et il a exprimé plus particulièrement sa gratitude à M. E. Green, qui a rempli les fonctions de Coordonnateur. On a fait remarquer que la norme révisée englobait aussi bien les fromages fabriqués selon les procédés traditionnels que les fromages produits selon des techniques nouvelles.

#### Champ d'application (1)

16. Une brève discussion a eu lieu sur le point de savoir s'il convenait de préciser, dans le champ d'application, que les fromages de lactosérum n'étaient pas visés par la norme. D'après certaines délégations, étant donné que les fromages de lactosérum font l'objet d'une norme distincte (A-7), il est inutile voire injustifié de faire allusion à ces produits dans la présente norme. D'autres délégations ont estimé que le fait d'exclure expressément de la norme les fromages de lactosérum se justifiait. Le Comité est convenu de conserver, dans le champ d'application, la phrase "la norme ne s'applique pas aux fromages de lactosérum" et de supprimer les crochets.

#### Définition (2)

17. On s'est demandé si, dans la partie (a) de la définition des fromages concernant les produits fabriqués selon les procédés traditionnels, il fallait prévoir également des agents appropriés de coagulation autres que la présure, par exemple l'acide lactique. Le Comité est convenu qu'il était souhaitable d'indiquer clairement que tout agent coagulant approprié pouvait être employé; les crochets ont été supprimés. On n'a pas jugé nécessaire de préciser, comme le suggérait une délégation, que les agents coagulants devraient être "inoffensifs", étant entendu que tous les ingrédients servant à la fabrication du fromage devraient être sans danger.

#### Additions (3)

18. Le Comité décide de faire figurer la disposition 3.2.1 en introduction à cette section.

### Substances aromatisantes (3.1)

19. Il a été convenu de conserver la première phrase en enlevant les crochets et de supprimer la dernière partie du paragraphe, qui a été considérée comme une disposition d'étiquetage.

### Autres additions (3.2)

20. Le Comité est convenu de remanier le texte, de façon à remplacer les alinéas 3.2.2(a) et 3.2.2(b) par un seul paragraphe (voir page 3 du document MDS 78/4), ainsi que l'avait proposé le groupe de travail. Ce paragraphe stipule que, dans le cas des fromages ne faisant pas l'objet d'une norme internationale individuelle ou de groupe, les additions devraient être justifiées d'un point de vue technologique et elles devraient être les mêmes que celles autorisées pour une variété analogue ou approchante de fromage, pour laquelle il existe déjà une norme internationale individuelle ou de groupe. De l'avis du Comité, cette disposition prévoit implicitement que les quantités maximales de ces ajouts ne devraient pas dépasser celles fixées pour les fromages faisant l'objet d'une norme.

### Etiquetage (4)

21. Le Comité a été informé que les dispositions d'étiquetage des normes internationales individuelles ou de groupe élaborées jusqu'à présent pour les fromages ne s'écartaient pas de la Norme générale pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées.

De ce fait, il a été décidé de supprimer, dans le paragraphe d'introduction à la section, les mots "à moins qu'une norme internationale individuelle pour un fromage ou une norme de groupe n'en décide autrement".

22. on a fait remarquer que, du point de vue de l'étiquetage, les dispositions applicables aux fromages en vrac différaient de celles applicables aux fromages destinés à la vente au détail. Le Comité décide de traiter cette question dans un paragraphe distinct, après avoir examiné les autres dispositions d'étiquetage (voir par. 40 du présent rapport).

### Nom du produit (4.1)

23. Le Comité a examiné longuement la disposition concernant la désignation du fromage (4.1.2). On a estimé que, dans un certain nombre de cas, il serait inutile pour l'information du consommateur de préciser sur l'étiquette, outre le nom de variété ou le nom "fantaisie", qu'il s'agit de "fromage".

24. Le Comité est convenu en définitive que, dans le cas des fromages visés par une norme internationale individuelle ou de groupe ou des fromages définis par la législation nationale, il suffisait d'exiger la désignation spécifique. Toutefois, dans les pays où l'on connaît mal le fromage en général ou certaines variétés de fromages, l'étiquette peut également porter la mention "fromage".

25. Le Comité est convenu que la teneur en matière grasse du fromage (4.1.3(b)) pouvait être déclarée soit comme teneur minimale en matière grasse dans l'extrait sec soit comme teneur en matière grasse exprimée en pourcentage massique, ou les deux; le mot "ou" a été remplacé par "et/ou". En conséquence, le texte entre crochets a été supprimé.

26. A propos de la désignation des fromages fabriqués à partir de lait autre que le lait de vache (4.1.4), on a fait remarquer que certains de ces fromages avaient une

réputation internationale telle qu'il n'était pas toujours nécessaire de préciser l'origine du lait dans les pays d'importation. Le Comité décide de ne pas limiter au marché national la disposition selon laquelle il n'est pas nécessaire de déclarer l'espèce animale dont provient le lait, à condition que cette omission ne risque pas d'induire le consommateur en erreur.

27. On a souligné que, lorsque du lait provenant de plusieurs espèces animales était utilisé, il était souhaitable que la déclaration soit faite dans l'ordre décroissant de proportion. Le Comité est convenu d'amender la disposition 4.1.4 en conséquence. Le Comité a également examiné une proposition visant à exiger sur l'étiquette la déclaration en pourcentage des différents laits utilisés, car on a estimé que l'obligation de déclarer la présence de certains laits dont la proportion est restreinte ne pouvait qu'entraîner une confusion dans l'esprit du consommateur. On a également examiné une autre proposition, selon laquelle une quantité minimale de lait d'une origine donnée doit être présente dans le mélange pour justifier une déclaration. Le Comité n'a pas apporté d'autre amendement à la disposition.

#### Pays de fabrication (ancien 4.3 - nouveau 4.5)

28. Le Comité a brièvement étudié la proposition d'une délégation tendant à ce que les fromages portant un nom de variété, mais n'étant pas fabriqués dans le pays d'origine de la variété, puissent être vendus dans le pays de fabrication à condition que soit indiqué le nom d'une région géographique bien connue de ce pays. Le Comité n'apporte aucun changement à la disposition exigeant la déclaration du pays de fabrication.

#### Ingrédients (ancien 4.4 - nouveau 4.2)

29. Le Comité a examiné les deux textes proposés dans le document pour la déclaration des ingrédients. Il a noté que le premier est conforme à la Norme générale pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées, aux termes de laquelle la liste complète des ingrédients doit figurer sur l'étiquette.

30. On a en outre fait observer que la Norme sur l'étiquetage n'autorisait des dérogations que dans certains cas précis. Le second texte exclut de la liste des ingrédients le lait, les cultures de levain et les agents coagulants. Le Secrétariat a informé le Comité que toute déviation par rapport à la Norme sur l'étiquetage exigerait une justification, qui devrait être examinée par le Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires.

31. De l'avis de beaucoup de délégations, l'utilisation du second texte se justifie par le fait que le fromage est un produit auquel s'appliquent les termes du paragraphe 3.2(a)(iii) de la Norme générale internationale pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées, à savoir que "la denrée a une composition bien connue et que l'absence de la liste des ingrédients n'est pas préjudiciable au consommateur". Ces délégations ont en outre estimé que les autres renseignements fournis sur l'étiquette permettraient aux consommateurs de connaître la nature de la denrée.

32. Les délégations ont également considéré qu'il n'était pas nécessaire, en particulier, d'énumérer les substances qui n'étaient pas "présentes dans le produit fini" (c'est-à-dire qui n'étaient pas des ingrédients au sens qui est donné à ce terme dans la Norme générale pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées). Le fromage est un produit dérivé de l'action de cultures de levain et d'autres substances sur les ingrédients du lait. Ces matières premières ou une partie d'entre elles sont présentes sous une forme modifiée dans le produit fini, tandis que d'autres composants sont

éliminés en cours de traitement. Les délégations ont pensé que ce ne serait pas induire le consommateur en erreur que de désigner la denrée finale par le terme générique de "fromage".

33. Après une discussion prolongée, le Comité décide d'adopter une version révisée du deuxième texte qui retire de la liste des ingrédients: i) les ingrédients obtenus à partir du lait; ii) les cultures de levain et iii) la présure et autres enzymes coagulantes. Les délégations du Canada, du Royaume-Uni et des Etats-Unis n'ont pas jugé suffisantes les justifications présentées pour limiter la liste des ingrédients (par. 30, 31, 32). La délégation des Etats-Unis a réservé sa position au sujet de la disposition (nouvel alinéa 4.2) amendée.

#### Identification des lots (4.6)

34. Certaines délégations ont estimé qu'il était matériellement impossible d'indiquer, sur du fromage débité en morceaux ou en tranches et offert à la vente au détail sous forme préemballée, un numéro de lot permettant l'identification en usine. Le Comité laisse la disposition inchangée.

#### Datage (nouvelle disposition 4.8)

35. Le Comité a envisagé la possibilité d'inclure dans la Norme une disposition générale sur le marquage. On a établi une distinction entre le fromage préemballé et non emballé, le fromage entier et le produit débité en morceaux ou en tranches, le fromage frais et le fromage en cours d'affinage ou affiné. Le Comité a également examiné différentes formes de datage.

36. Après avoir examiné de façon approfondie les principales caractéristiques du datage, les pratiques commerciales de manutention du fromage et le comportement du consommateur, le Comité accepte finalement une formule de compromis proposée par la délégation de la France, qui consiste à faire la distinction entre: i) le fromage frais emballé par le fabricant, ii) le fromage affiné préemballé en morceaux, en tranches ou râpé et iii) le fromage entier en cours d'affinage.

37. Pour le fromage frais (i) et le produit préemballé en morceaux ou en tranches (ii), il a été proposé de déclarer la date de durabilité minimale y compris des instructions d'entreposage pour le fromage frais. Pour le fromage entrant dans la troisième catégorie, le datage ne devrait pas être obligatoire au niveau de la vente au détail. On a fait remarquer que, pour certains fromages, il pourra être nécessaire, en fonction par exemple des habitudes du consommateur et des risques sanitaires liés à la manutention du produit, de prévoir d'autres formes de datage. Lorsqu'ils accepteront la présente Norme générale, les pays pourront spécifier ces exceptions.

38. La délégation des Pays-Bas a également estimé que le fromage affiné entier préemballé devrait être daté au stade de la vente au détail. La délégation des Etats-Unis a exprimé sa préférence pour le datage de tous les fromages offerts à la vente au consommateur. La délégation du Danemark a regretté que la question du datage puisse devenir un obstacle à l'acceptation de la norme et qu'à cause de dispositions trop strictes, il soit difficile à de nombreux pays d'accepter cette norme fondamentale. D'après la délégation du Danemark, ne devrait être obligatoire que le datage du fromage non affiné destiné à la consommation directe.

#### Fromage fabriqué à partir de lait recombinaison (4.7)

39. On s'est demandé si les mots actuellement entre crochets prévoyaient l'exemption de déclaration d'étiquetage lorsque du lait écrémé reconstitué était utilisé

pour la standardisation du lait servant à produire du fromage à faible teneur en matière grasse. Il a été admis qu'en pareil cas, une mention devrait figurer sur l'étiquette étant donné que le lait écrémé reconstitué était utilisé comme ingrédient plutôt qu'à des seules fins de standardisation. Le Comité décide de supprimer les crochets et, par conséquent, de conserver le membre de phrase en question.

#### Fromages en vrac (nouvelle disposition 4.9)

40. On a fait observer qu'une proportion considérable du fromage entrant dans le commerce international était expédiée en vrac. On a en outre souligné que, dans un tel cas, il n'était souvent pas possible de déclarer le poids net en raison des pertes en eau subies par le fromage. Le Comité a estimé que des dérogations aux différentes dispositions d'étiquetage - y compris la déclaration du poids net - pourraient être faites pour le fromage vendu en vrac. Il a été convenu d'insérer une nouvelle disposition stipulant que, pour le fromage en vrac, les renseignements demandés aux alinéas 4.1 à 4.7 inclus, devraient figurer sur le fromage ou sur les documents d'expédition.

#### Etat d'avancement de la Norme

41. Le Comité adopte la Norme générale pour le fromage à l'étape 6 de la Procédure d'élaboration des normes pour les produits laitiers et demande au Secrétariat de l'adresser aux gouvernements pour acceptation à l'étape 7. La norme révisée figure en Annexe II au présent rapport. Le Comité exprime encore une fois sa gratitude à M. Green pour le travail qu'il a accompli.

#### NORME POUR LE FROMAGE A PATE EXTRA-DURE A RAPER A L'ETAPE 6 DE LA PROCEDURE DE LA COMMISSION (c-35)

42. Le Comité était saisi du Projet de norme pour le fromage à pâte extra-dure reproduit à l'Annexe III du Rapport de la dix-septième session et du document MDS 76/8 (mars 1976) où figurent les commentaires écrits des gouvernements sur le projet de norme. A sa dix-huitième session le Comité n'a pu, faute de temps, examiner la norme.

#### Désignation du fromage (1)

43. Sur proposition de la délégation de l'Australie, les mots entre parenthèses "c'est-à-dire fromage se prêtant au râpage" ont été supprimés.

#### Additions facultatives (3.2.2)

44. Plusieurs délégations ont mis en doute la nécessité des additions suivantes et ont demandé qu'elles soient supprimées: chlorophylles, y compris la chlorophylle cuprique; peroxyde de benzoyle ou mélange de peroxyde de benzoyle et les sels énumérés; acide sorbique et les sels énumérés. La délégation de l'Italie a proposé de ramener à 100 mg/kg le niveau maximum fixé pour l'acide sorbique et ses sels.

45. Le Comité est convenu de supprimer les dispositions relatives au peroxyde de benzoyle et aux sels énumérés. Il note que la chlorophylle est utilisée pour obtenir la couleur blanchâtre désirée par le consommateur et que l'acide sorbique et les sels de cet acide ont été confirmés pour un certain nombre d'autres fromages visés par des normes internationales individuelles pour les fromages. Le Comité décide de conserver les dispositions relatives à la chlorophylle y compris la chlorophylle cuprique et à l'acide sorbique et ses sels et de modifier la dernière disposition en y ajoutant les mots "dans le produit fini".

#### Croûte-Aspect (4.4.2)

46. Le Comité est convenu de supprimer la référence à l'emploi de colorants artificiels.

#### Trous-Dimensions (4.6.3)

47. Le Comité est convenu de modifier ce paragraphe comme suit: "Dimensions: environ 1 à 2 mm".

#### Méthode de fabrication (5)

48. A la suite de la décision qu'il a prise de supprimer le peroxyde de benzoyle dans la liste des additions, le Comité est convenu de supprimer la disposition autorisant son emploi pour le blanchiment (5.3).

#### Procédé de maturation (5.5)

49. Le Comité accepte la proposition de la délégation italienne visant à insérer les mots "frais et bien aéré ou" après le groupe de mots "dans un local". En réponse à une question posée par la délégation du Canada au sujet des dispositions d'hygiène applicables aux fromages fabriqués à partir de lait cru, la délégation des Etats-Unis a expliqué qu'un entreposage d'une durée de six mois était suffisant pour détruire les organismes pathogènes pouvant être présents dans ce type de fromage.

#### Marquage et étiquetage (7)

50. Le Comité accepte le texte ci-après proposé conjointement par les délégations de l'Italie et des Etats-Unis:

"7.1 - Les fromages conformes à la présente norme peuvent porter la désignation "fromage à pâte extra-dure à râper" ou tout autre nom de variété reconnu dans le pays de consommation. Un nom inventé ou de fantaisie peut cependant être utilisé à condition de ne pas induire le consommateur en erreur et d'être accompagné de la mention "fromage à pâte extra-dure à râper".

51. Le Comité est convenu de supprimer le paragraphe 7.3, étant donné que son contenu est déjà visé par le précédent paragraphe (7.2) relatif aux dispositions d'étiquetage prévues par la Norme A-6.

#### Etat d'avancement de la Norme

52. Le Comité est convenu de soumettre la norme, sous sa forme amendée, aux gouvernements pour acceptation à l'étape 7. Le texte révisé de la norme figure à l'Annexe IV du présent rapport.

#### NOUVELLES VERSIONS DBS NORMES GENERALES POUR LES FROMAGES FONDUS - A-8(a), (b) et (c)

53. Le Comité a examiné à l'étape 4 les trois nouvelles versions des normes générales pour les fromages fondus (Annexes II(A), (b) et (C) du Rapport de la dix-huitième session), compte tenu des observations des gouvernements (MDS 78/8, MDS 78/Canada et LIM.1).

## Examen de la Norme générale A-8(a) pour le fromage fondu et le fromage fondu pour tartines portant un nom de variété

### Définition (1)

54. La délégation de la Suisse, appuyée par celle de l'Italie, a estimé que dans le cas des produits visés par la norme, à savoir les fromages fondus portant un nom de variété, l'adjonction d'ingrédients facultatifs prévue dans la définition ne devrait pas être autorisée et elle en a proposé la suppression. L'addition d'une denrée alimentaire comme le jambon, par exemple, peut changer considérablement les caractéristiques organoleptiques d'un fromage portant un nom de variété. Par conséquent, la désignation d'un tel fromage n'aurait plus aucun sens et pourrait induire le consommateur en erreur. On a fait remarquer que, dans la section sur l'étiquetage, la déclaration des ingrédients facultatifs était prévue. La définition n'a pas été amendée; les deux délégations ont néanmoins maintenu leur point de vue.

### Additifs alimentaires (3)

55. Le Comité est convenu que les concentrations maximales fixées pour les différents additifs s'appliquaient au produit fini. On a examiné une proposition tendant à exprimer le phosphore contenu dans les différents sels et acides émulsifiants sous forme de  $P_2O_5$  (phosphore), de façon à permettre un contrôle analytique de la dose maximale. On a fait remarquer que le niveau de phosphore des différents sels était très variable (40-70 pour cent) et qu'en outre, il y avait également des variations dans la teneur en phosphore des différents fromages traités. On a cependant souligné qu'il existait une méthode permettant de calculer, à partir de la détermination du phosphore total, la teneur en phosphates provenant des sels utilisés en cours de traitement (voir par. 124 du présent rapport). Le Comité approuve une concentration maximale de 9 g P/kg de fromage fondu pour l'ensemble des composés phosphorés d'ajout. 56. Le Comité décide d'autoriser l'emploi, comme colorants, des composés cuivrechlorophylline (nouveau par. 3.3) selon les bonnes pratiques de fabrication. Le vinaigre a été transféré dans la section sur les ingrédients facultatifs. La correction ci-après a été apportée à la disposition sur les agents de conservation (nouveau par. 3.4): la concentration maximale dans le produit fini de l'acide sorbique et de l'acide propionique et de leurs sels, seuls ou en combinaison, est fixée à 3000 mg/kg exprimés en acide. Le chlorure de calcium a été supprimé; le bicarbonate de sodium a été inclus dans la rubrique "acidifiants et agents de contrôle du pH".

### Traitement thermique

57. Afin d'assurer au produit un traitement thermique uniforme à la température minimale requise, le Comité convient d'ajouter le mot "Entièrement" après "être portés".

### Composition du fromage fondu portant un nom de variété (5.2)

58. Le Comité approuve la proposition de la délégation de la Suisse visant à supprimer la référence à l'"Appenzeller" de la liste des fromages exemptés de la disposition sur la teneur minimale en extrait sec (5.2.2). La délégation de l'Australie, appuyée par celle de la Nouvelle-Zélande, a proposé qu'en plus du gruyère et de l'emmental fondus, le cheddar fondu soit également exempté de la disposition générale sur la teneur mini-male en extrait sec. Elle a demandé qu'un écart de 6% pour la teneur en eau soit autorise, ce qui correspondrait à une teneur minimale en extrait sec de 55%. Une délégation a déclaré que, si la proposition de l'Australie était adoptée, cela risquait

d affecter l'acceptation par les gouvernements de la Norme pour le cheddar. Le Comité n'accepte pas de modifier la liste des fromages faisant l'objet d'une exemption.

59. On a fait remarquer qu'avec la numérotation actuelle, le texte "si ces dispositions diffèrent d'une législation nationale existante, la législation nationale du pays de consommation prévaudra" (5.2.4) s'appliquait à l'ensemble de la section. Plusieurs délégations ont jugé inacceptable que cette section, qui fixe des normes minimales de composition pour les différents fromages fondus portant un nom de variété, comprenne une disposition (5.2.4) aux termes de laquelle la législation nationale du pays de consommation l'emporte, au cas où une telle législation s'écarte des normes fixées.

60. On a estimé qu'une référence aux législations nationales était contraire à l'esprit d'une normalisation internationale. Après un débat approfondi, le Comité décide que la disposition relative à la législation nationale s'appliquera uniquement aux variétés pour lesquelles il n'existe aucune norme internationale. On a fait remarquer que le commerce de ces produits était limité. Les délégations de l'Australie, du Canada et de la France ont tenu à ce que leur objection à cette disposition (anciennement 5.2.4) soit consignée dans le rapport.

#### Composition des fromages fondus pour tartines portant un nom de variété (5.3)

61. Le Comité est convenu d'harmoniser le texte de cette section avec celui du paragraphe précédent (5.2) sur les fromages fondus non tartinables.

#### Nom du produit (6.1.4)

62. Cette disposition a été amendée conformément à la décision prise en ce qui concerne la déclaration de la teneur en matière grasse dans la Norme générale pour les fromages (voir par. 25).

63. Les délégations de la France et de la Belgique ont déclaré que, dans leur pays, le mot "fromage" ne devait pas nécessairement faire partie du nom du produit, quand un nom de variété était utilisé pour décrire les fromages fondus ou les fromages fondus pour tartines. D'après la délégation de la Suède, le mot "fromage" devrait toujours faire partie de la désignation.

#### Datage (nouveau par. 6.6)

64. Le Comité décide d'inclure la disposition ci-après (comme dans la Norme A-9 pour la crème): "La date de durabilité minimale doit être clairement indiquée".

#### Identification des lots (nouveau par. 6.7)

65. Il a également été décidé d'introduire un paragraphe sur l'identification des lots (comme dans la Norme A-9 pour la crème): "Chaque récipient doit porter une marque indélébile, en code ou en clair, permettant d'identifier l'usine de production et le lot".

#### Méthodes d'échantillonnage et d'analyse

66. Lors de la discussion sur la détermination de la teneur en phosphore sous la section relative aux additifs (voir par. 55), il a été fait mention d'une méthode actuellement élaborée par la FIL pour calculer le phosphore provenant des sels de fusion. Le Comité demande au Groupe de travail mixte FIL/ISO/AOAC d'examiner cette question (voir par. 124(ii) du présent rapport).

67. Le Comité décide en outre de demander au Groupe de travail mixte de choisir une méthode pour déterminer la teneur en extrait sec (voir par. 124(i) du présent rapport).

68. La délégation de l'Egypte a demandé d'inclure dans la norme une méthode permettant de déterminer la teneur en saindoux dans le fromage fondu. Le Comité demande au Groupe de travail d'étudier également cette question (voir par. 126 du présent rapport).

#### Examen de la Norme générale N° A-8(b) pour le fromage fondu et le fromage fondu pour tartine

69. Le Comité décide d'apporter à cette norme, aux endroits voulus, les mêmes amendements que ceux qui ont été apportés à la norme A-8(a).

#### Ingrédients facultatifs (2)

70. La délégation de la Norvège, appuyée par celle du Danemark, a contesté l'opportunité d'autoriser sans restriction l'addition de crème, de beurre et de graisse butyrique (2.1) et l'addition limitée de produits laitiers (2.2) dans la fabrication d'un produit désigné sous l'appellation de fromage fondu. On a fait observer que l'emploi de matière grasse laitière se limitait de lui-même et qu'il serait assez difficile de fabriquer un produit largement composite respectant la limite supérieure de 5% de lactose dans le produit fini.

71. La délégation du Japon a déclaré que la plupart des fromages fondus fabriqués au Japon étaient couverts par la norme A-8(b) et qu'elle ne pouvait donc approuver l'addition facultative d'autres produits laitiers (2.2). Si toutefois ces produits laitiers étaient ajoutés, le produit qui en résulterait devrait être classé sous la norme A-8(c) comme préparation à base de fromage fondu. Le Comité se contente d'apporter l'amendement rédactionnel ci-après au texte anglais de l'alinéa 2.2: "Other milk products may be added to a maximum of 5% lactose content in the final product". La délégation du Danemark a réservé sa position en ce qui concerne l'emploi sans restriction de produits laitiers à faible teneur en lactose.

#### Additifs alimentaires facultatifs pour les produits conditionnés en emballage transparent exclusivement (3.2.4) "

72. Plusieurs délégations ont estimé qu'il n'était pas justifié de prévoir des antioxygènes dans le but exprès de permettre l'utilisation de matériel d'emballage transparent. Le Comité décide de supprimer cette disposition (3.2.4).

73. La délégation de l'Egypte a appelé l'attention du Comité sur le transfert de contaminants qui s'opère entre les matériaux d'emballage et le produit. On a admis qu'il s'agissait d'un problème de caractère général et le Comité est convenu d'examiner la question à sa prochaine session sur la base des renseignements fournis par les gouvernements.

#### Examen de la Norme générale pour les préparations à base de fromage fondu - A-8(c)

74. Le Comité décide d'apporter aux endroits voulus les mêmes amendements que ceux qui ont été apportés à la norme A-8(a).

#### Etat d'avancement des normes

75. Le Comité décide d'adopter les normes A-8(a), (b) et (c) à l'étape 4 de la Procédure d'élaboration des normes pour le lait et les produits laitiers; il décide en outre d'omettre les étapes 5 et 6 et de soumettre les normes aux gouvernements pour acceptation à l'étape 7. Les normes révisées figurent à l'Annexe III(a), (b) et (c) du présent rapport. La délégation de l'Australie a pris acte du désir général du Comité mais a réservé sa position en attendant de consulter son gouvernement.

## CODE D'USAGES EN MATIERE D'HYGIENE POUR LE LAIT EN POUVRE

76. Le Comité a examiné à l'étape 4 de la Procédure l'Avant-projet de code d'usages pour le lait en poudre (MDS 78/8), préparé par la délégation de l'Australie en s'inspirant d'une liste de recommandations formulées par un groupe officieux composé des membres de certaines des délégations présentes à la session (LIM. 3). Le Président a retracé l'historique de la préparation du Code d'usages en matière d'hygiène pour le lait en poudre et a remercié la délégation de l'Australie, au nom du Comité, pour l'excellent document de travail qu'elle a établi.

77. Le représentant de l'OMS a souligné que, dans la préparation du Code, la version révisée des Principes généraux d'hygiène alimentaire (ALINORM 78/13A, Annexe V, étape 6) avait été adoptée dans une large mesure. Il a également été souligné que l'on avait tenu compte des recommandations de la deuxième Consultation mixte d'experts FAO/OMS sur les spécifications microbiologiques pour les aliments quant aux critères microbiologiques à appliquer dans les directives. Le Comité note que les dispositions d'hygiène du Code devront être examinées par le Comité du Codex sur l'hygiène alimentaire.

78. En présentant le Code, la délégation de l'Australie a fait savoir au Comité que l'on avait tenu compte, dans le texte remanié, des commentaires présentés à la dix-huitième session du Comité, du Code révisé sur les Principes généraux et des observations envoyées par écrit par le Canada, la Finlande, la Pologne, le Royaume-Uni et les Etats-Unis. Cette délégation a également souligné que la caséine et ses produits dérivés ne seraient pas couverts par le Code.

79. Le Comité décide de n'examiner que les sections du Code qui traitent spécifiquement des produits laitiers déshydratés.

### Champ d'application (1)

80. La délégation des Pays-Bas a estimé qu'il convenait de modifier le champ d'application de manière à souligner que le Code avait un caractère consultatif et n'était pas destiné à avoir force de loi. D'autres délégations ont estimé que le mot "recommandé" et le mode conditionnel utilisé d'un bout à l'autre du Code suffisent à indiquer que le Code constitue un guide.

### Définitions (2)

#### Etablissement (2.6)

81. On a fait remarquer que le texte de la version française n'indiquait pas clairement si l'expression "autorité compétente" s'appliquait aux autorités nationales ou à celles qui représentent les pays d'importation. Le Rapporteur a estimé que ce terme désignait l'autorité compétente du pays de production. Après quelque discussion, le Comité décide d'adopter le texte suivant:

"Etablissement: tout bâtiment ou toute zone où les produits laitiers secs sont préparés, transformés, manipulés, emballés ou entreposés et leurs abords, relevant de la même direction".

#### Pasteurisation (2.10)

82. La délégation des Etats-Unis a fait remarquer qu'à son avis, le présent texte ne couvrait pas de façon satisfaisante les produits autres que le lait, le lait écrémé et le lactosérum. Elle a proposé d'élargir la définition de façon à y inclure le coefficient durée/température pour les produits laitiers ayant une teneur en matière grasse laitière

supérieure à celle du lait et/ou contenant des édulcorants, ainsi que pour le lait concentré et les produits à base de lait concentré.

83. D'autres délégations ont estimé que le texte devrait être rédigé en termes généraux ou qu'il devrait, tout au plus, faire référence au test à la phosphatase comme indicateur d'une pasteurisation adéquate. On a fait remarquer que la définition de la pasteurisation était inscrite à l'ordre du jour du Comité et qu'il serait souhaitable d'harmoniser les dispositions. Après quelque discussion, le Comité décide d'accepter la proposition de la délégation des Etats-Unis.

#### Spécifications en matière d'hygiène dans le périmètre de production (3)

84. La délégation de la République fédérale d'Allemagne a proposé que le Code soit étendu au lait cru. Le Rapporteur a informé le Comité qu'après des débats prolongés, il avait été décidé d'inclure au présente Code des dispositions générales pour le lait cru (alinéa 7.1).

#### Etablissement: conception et installation (4)

85. On a demandé s'il serait possible de signaler les passages importants du texte par des changements typographiques. Le Secrétariat a informé le Comité que le matériel dont on disposait ne le permettait pas, mais que la question pourrait être étudiée.

#### Vapeur (4.4.2.2)

86. La délégation de Chypre a estimé que le texte devrait comprendre une disposition excluant la présence, dans l'eau servant à la production de vapeur, de produits chimiques volatils dangereux pour la santé. Le Comité décide de tenir compte de cette observation et il amende le texte en conséquence.

#### Aspects sanitaires des plans, de la construction et de l'aménagement (anciennement 4.5.3.1)

87. Afin de garantir qu'il y a un rapport direct entre le débit et la température, le Comité décide d'inclure une disposition prévoyant une pompe refoulante ou un dispositif de minuterie dans la chaîne de pasteurisation.

#### Traitement (7.4)

88. Le Comité est convenu de limiter la nécessité d'un entreposage prolongé en prévoyant, dans la disposition 7.4.6, deux bacs tampon employés alternativement, qui devront être nettoyés et stérilisés au moins toutes les deux heures.

89. Il a été convenu que les dossiers concernant le traitement thermique devraient être conservés pendant une période d'au moins un an (7.4.9 et 7.7.8). Le Comité n'a pas accepté une proposition visant à conserver les dossiers pendant toute la durée d'entreposage du produit.

#### Méthodes d'échantillonnage et de contrôle en laboratoire (7.7)

90. Il a été convenu de préciser que la personne chargée du programme de contrôle de la qualité devrait être pleinement consciente de l'importance de la contamination et des risques qu'elle implique; le Comité amende le texte en conséquence.

#### Spécifications concernant les produits finis - Spécifications générales (8.1)

91. Le Comité décide de faire figurer dans le présent Code, avec les modifications voulues, le texte général approuvé pour un grand nombre de codes d'usages.

## Projet de spécifications microbiologiques pour les produits laitiers déshydratés

92. Le Comité a examiné le document ci-dessus (MDS 78/8-Add.1) qui a été présenté par la délégation de l'Australie.

93. Le Comité note que les spécifications ont été préparées sur la base des Principes généraux pour l'établissement de critères microbiologiques applicables aux denrées alimentaires, recommandés par la deuxième Consultation d'experts FAO/OMS sur les spécifications microbiologiques pour les aliments qui a divisé les critères microbiologiques en trois catégories:

i) Norme microbiologique: elle est jointe à une norme du Codex Alimentarius, laquelle revêt un caractère contraignant. Elle est destinée à être utilisée en cas de litiges. Elle ne doit pas être nouvelle en soi, mais doit procéder de spécifications qui ont accompagné des codes d'usages tout au long de la procédure du Codex et qui ont été très largement appliquées à l'aliment en question.

ii) Spécification microbiologique: elle est jointe à un code d'usages, lequel revêt un caractère consultatif, et elle doit permettre de mieux s'assurer que les dispositions d'hygiène du code ont été observées.

iii) Directive microbiologique: elle est à employer dans les cas où il n'existe ni norme ni code d'usages pour l'aliment en cause. On ne devrait établir de directive que lorsqu'un critère microbiologique s'impose d'urgence pour un aliment faisant l'objet d'un commerce international.

94. C'est la catégorie correspondant aux codes d'usages (paragraphe (ii)), qui a été appliquée pour l'établissement des présentes spécifications.

95. Au cours du débat général qui a suivi, quelques délégations ont déclaré que la section 5, qui a trait aux Plans d'échantillonnage de routine et aux limites microbiologiques, ne leur paraissait pas convenir pour les spécifications, étant donné que celles-ci concernaient les bonnes pratiques de fabrication, qui étaient déjà couvertes par le Code d'usages proprement dit. D'autres délégations ont estimé que les méthodes citées devraient être des méthodes de routine. Le Comité décide de conserver les spécifications relatives aux produits finis.

### Plans d'échantillonnage et limites microbiologiques

96. Le Comité a longuement débattu la question de savoir quels étaient les microorganismes à inclure dans les spécifications. Quelques délégations ont estimé qu'il ne fallait inclure dans les spécifications que les organismes présentant des risques sanitaires réels et que, dans ce cas, des spécifications étaient nécessaires pour les salmonelles. D'autres ont toutefois considéré qu'il était important de conserver à la fois le dénombrement des bactéries aérobies mésophiles et celui des bactéries conformes, car ils indiquaient que le produit fini avait subi un traitement satisfaisant.

97. Plusieurs délégations ont proposé d'envisager également l'inclusion de Staphylococcus aureus, en raison du risque de persistance de la toxine stable à la chaleur même après destruction des organismes qui l'avaient produite.

98. On a fait observer que, même si la première et la deuxième consultations d'experts n'avaient pas envisagé les produits laitiers déshydratés en tant que tels lorsqu'elles avaient établi leurs listes de priorités, en raison du travail en cours au sein du présent comité, elles disposaient néanmoins d'informations émanant de 19 pays sur les organismes actuellement identifiés dans les produits laitiers et savaient que les tests le plus souvent effectués concernaient les salmonelles, le dénombrement standard sur

plaques et les coliformes. La première Consultation avait toutefois examiné la question de savoir si Staphylococcus aureus présentait de l'importance sur le plan du commerce international et elle avait émis l'opinion qu'on pouvait s'attendre à voir ce microorganisme, qu'il soit producteur potentiel d'entérotoxines ou indicateur d'une contamination d'origine humaine, figurer dans les spécifications internationales pour un grand nombre de denrées alimentaires. L'estimation des entérotoxines ne deviendra probablement pas une opération courante tant qu'on ne disposera pas plus facilement des réactifs nécessaires à leur détection et que des méthodes plus rapides ne seront pas mises au point. La Consultation a fait référence en particulier au test à la thermonucléase comme méthode de détection du S. aureus au-delà du seuil de destruction thermique des germes.

99. Plusieurs délégations ont estimé que, vu les conditions particulières qui prévalent dans les pays chauds, il y aurait lieu d'envisager l'inclusion des moisissures et des levures. On a fait observer que ces microorganismes sont liés à la contamination des matériaux d'emballage plutôt qu'à celle de leur contenu et, bien qu'il s'agisse d'un problème réel sous les climats tropicaux, ces microorganismes ne devraient pas figurer dans les spécifications relatives aux produits.

100. Le Comité a fait remarquer que, dans toutes les spécifications microbiologiques, il existe une corrélation étroite entre la méthode d'échantillonnage et les limites numériques pour les microorganismes en cause et qu'un des facteurs importants dont il faut tenir compte dans le contrôle microbiologique est le rapport coût/bénéfice de toute méthode proposée pour les microorganismes.

101. Le Comité décide que les spécifications mentionnées dans le document ainsi que les discussions auxquelles elles viennent de donner lieu, seront portées à l'attention du Comité du Codex sur l'hygiène alimentaire et du Groupe de travail FAO/OMS sur les spécifications microbiologiques pour les aliments, qui se réunira en février 1979. Ce groupe a été prié de s'attacher plus particulièrement aux difficultés de caractère pratique auxquelles donne lieu l'application des méthodes d'échantillonnage, de façon que l'on puisse mettre en balance le coût des analyses et les avantages obtenus dans la protection du consommateur.

102. En ce qui concerne les spécifications pour les salmonelles, on a fait remarquer que la méthode ISO, qui ressemble beaucoup à la méthode proposée par la première Consultation mixte d'experts pour la détection et la détermination des salmonelles, a été adoptée par le Comité du Codex sur l'hygiène alimentaire en vue de son inclusion dans les spécifications microbiologiques pour les ovoproduits déshydratés.

103. Il a été convenu que le Comité du Codex sur l'hygiène alimentaire devrait être prié d'envisager si les méthodes déjà approuvées devraient remplacer l'actuelle méthode (AOAC) dans les spécifications relatives aux produits laitiers déshydratés.

#### Etat d'avancement du Code

104. Le Comité décide d'adopter le Code à l'étape 4 de la Procédure d'élaboration des normes pour le lait et les produits laitiers et de le renvoyer à l'examen du Comité du Codex sur l'hygiène alimentaire. Le Comité espère qu'il aura la possibilité de revoir le Code avant sa mise au point définitive.

## QUESTIONS DECOULANT DE LA DOUZIEME SESSION DE LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS TRAVAUX FUTURS DU COMITE

105. Le Comité était saisi du document MDS 78/3(c) contenant un extrait du rapport de la douzième session de la Commission du Codex Alimentarius au sujet des travaux du Comité. En présentant le document, le Secrétariat a rappelé l'allocution d'ouverture figurant au paragraphe 3 du présent rapport. A propos de la conclusion à laquelle est parvenue la Commission, à savoir que le Comité devrait être mis en sommeil, le Secrétariat a indiqué que tel avait été le cas pour plusieurs comités Codex, mais que ceux-ci n'avaient pas été supprimés pour autant et qu'ils seraient convoqués à nouveau compte tenu des faits nouveaux et des révisions nécessaires. Le Secrétariat a ensuite brièvement abordé une question relative au Projet de norme pour les pâtes à tartiner à faible teneur en matière grasse contenant de la matière grasse laitière - question soulevée par le Comité du Codex sur les graisses et les huiles et par la Commission du Codex Alimentarius; il a également signalé que la Commission avait demandé au Comité sur le lait de ne pas s'engager dans de nouvelles activités, notamment sur les produits d'imitation des produits laitiers. Le Comité est convenu de traiter séparément les trois questions: (i) activités futures, (ii) pâtes à tartiner à faible teneur en matière grasse contenant de la matière grasse laitière et (iii) produits d'imitation des produits laitiers.

### Activités futures

106. En ce qui concerne ses activités futures, le Comité a étudié la déclaration ci-après présentée par la délégation du Danemark:

"Ayant pris connaissance (document MDS 78/3(c)) des débats de la Commission sur les travaux futurs du Comité d'experts gouvernementaux concernant le Code de Principes et de la demande adressée par la Commission au Comité, ce dernier souhaite communiquer ce qui suit:

Ayant été le premier à démontrer qu'il était possible, sur une base gouvernementale, de parvenir à un accord international sur les principes régissant les dénominations, les définitions et les normes applicables aux denrées alimentaires, le Comité estime que les travaux accomplis jusqu'à présent ont été importants pour la protection du consommateur et ont contribué à assurer des échanges loyaux et honnêtes, au niveau national et international, pour le lait et les produits laitiers. Le Comité est renforcé dans sa conviction par le grand nombre de gouvernements qui ont accepté le Code de Principes et les normes qui y sont rattachées. Le Comité est en outre conscient de l'influence que le Code et les normes peuvent avoir sur les législations nationales des pays tant développés qu'en développement.

Le Comité reconnaît qu'il est parvenu à un stade où des normes ont été élaborées pour les produits laitiers les plus importants et que, par conséquent, il pourrait s'ajourner sine die. C'est pourquoi, il a réagencé l'ordre du jour de sa dix-neuvième session et réglé définitivement ou presque les questions les plus importantes qui y figurent, à savoir: texte révisé de la Norme générale pour le fromage, version révisée des normes pour les fromages fondus et les produits à base de fromage fondu et Norme pour le fromage à pâte dure à râper.

"Le Comité, ayant fait tous les efforts possibles pour mener à terme l'essentiel de sa tâche au cours de la présente réunion, souhaite néanmoins recommander vivement qu'avant de s'ajourner sine die, on lui donne la possibilité de tenir au moins une autre

session régulière, a fin de ne pas laisser inachevées les importantes activités ci-après déjà inscrites à son programme de travail:

- a) Révision des listes d'additifs alimentaires dans les normes de composition et les normes individuelles pour les fromages;
- b) changements à apporter aux normes individuelles pour les fromages, maintenues en souffrance pendant quelques années en attendant la mise au point définitive de la Norme générale pour le fromage;
- c) code d'usages en matière d'hygiène pour les produits laitiers déshydratés et spécifications microbiologiques;
- d) travaux sur les méthodes d'échantillonnage et d'analyse. Le Comité pourrait inviter les trois organisations - FIL, ISO et AOAC - à poursuivre leur excellente coopération dans ce domaine et pourrait les informer des méthodes auxquelles, à son avis, il faudrait accorder une priorité élevée;
- e) le cas échéant, révision de la Norme pour le cream cheese;
- f) indiquer à la FIL les travaux qu'il souhaiterait qu'elle entreprenne, en sa qualité d'organe consultatif, en attendant que le Comité se réunisse à nouveau.

"Sachant par expérience que des faits nouveaux peuvent exiger l'amendement et la modification des normes actuelles aussi bien que l'élaboration de normes pour de nouveaux produits, le Comité attend d'être reconvoqué au moment où les circonstances l'exigeront.

"Plus particulièrement dans le secteur du lait et des produits laitiers, la législation nationale est liée dans une vaste mesure au Code et aux normes et vice-versa, et les progrès accomplis risquent de perdre rapidement de leur importance s'ils ne restent pas liés à l'actualité.

"Le Comité estime donc qu'il serait utile de définir une procédure permettant de le convoquer à nouveau et il pense qu'à cet égard, la FIL aurait à jouer un rôle important en indiquant à quel moment où à peu près les circonstances peuvent exiger une nouvelle convocation du Comité."

107. La délégation des Pays-Bas a déclaré que, d'une façon générale, elle estimait avec la Commission du Codex Alimentarius que des normes de composition avaient été élaborées pour les produits laitiers les plus importants et que, pour l'instant, il était inutile d'entreprendre la normalisation d'autres produits laitiers. Elle a admis également le point de vue du Danemark, selon lequel les normes déjà publiées dans le Code de principes demandaient à être révisées périodiquement en raison de l'évolution technologique et des exigences du consommateur. Etant donné que la responsabilité d'établir des normes de composition pour le lait et les produits laitiers incombe à ce Comité, c'est également à lui de décider à quel moment les normes doivent être mises à jour. Le Comité avait décidé il y a quelques années d'envisager une révision des normes tous les cinq ans. Cette décision s'est révélée satisfaisante. Etant donné qu'un certain nombre de normes ont déjà été publiées ou révisées il y a quelques années, la délégation des Pays-Bas a proposé de convoquer une réunion du Comité après une période de quatre ans. Cela permettrait en outre à la FIL de mieux remplir le rôle consultatif qui est mentionné dans le programme concernant l'élaboration des normes pour le lait et les produits laitiers. Cette délégation a en outre proposé que le Comité demande à la FIL de se charger du travail préparatoire nécessaire.

108. Les déclarations des délégations du Danemark et des Pays-Bas ont reçu l'appui des délégations de la Pologne, de la Nouvelle-Zélande, de la Norvège, de la France, de

1 Espagne, de l'Iran, de la Finlande, des Etats-Unis, de la République fédérale d'Allemagne et de la Suisse.

109. Le représentant de la FIL a ensuite fait la déclaration suivante:

"Le Comité FAO/OMS d'experts gouvernementaux sur le Code de Principes concernant le lait et les produits laitiers a été créé à l'initiative de la Fédération internationale de laiterie et par décision de la Conférence de la FAO, en 1958, afin de protéger le consommateur et d'aider l'industrie laitière en assurant l'emploi exact du mot "lait" et des termes utilisés pour les différents produits laitiers et en établissant des définitions et des dénominations ainsi que des normes minimales pour ces produits.

"Les principes généraux du Code ont été acceptés par 72 gouvernements. Il est donc compréhensible que la FIL, qui a été à l'origine du Code et en tant qu'organisme ayant un statut consultatif spécialisé envers la FAO, s'inquiète de l'avenir du Comité tel qu'il a été discuté au cours de la douzième session de la Commission du Codex Alimentarius (avril 1978). A cette occasion, la Commission a reconnu que le Comité sur le Code de Principes concernant le lait et les produits laitiers avait accompli un travail remarquable et que tout un ensemble de normes de composition et de normes analytiques, d'une grande utilité, avait été mis au point pour nombre de produits laitiers importants. Ces normes répondent aux exigences internationales aussi bien sous l'angle de la protection du consommateur que de la loyauté des échanges.

Or, on se demande maintenant si l'on peut considérer que le Comité sur le Code de principes est parvenu au terme de son mandat; il ne faut pas oublier que le Comité lui-même a stipulé clairement que les normes existantes devaient être périodiquement révisées sur la base des faits nouveaux. En effet, aussi bonne soit-elle, une norme n'est pas statique mais doit s'adapter à l'évolution des tendances tant en ce qui concerne les goûts des consommateurs que les progrès technologiques et les découvertes nutritionnelles. Les normes doivent également être ajustées, périodiquement, aux exigences variables découlant des travaux des comités horizontaux du Codex.

"Tenant dûment compte de son statut consultatif envers la FAO et de l'obligation qui lui incombe du fait qu'elle est l'organisation d'experts en produits laitiers, la FIL continuera de s'occuper de ce qui est la substance même du Code, quels que soient les changements qui pourront intervenir dans les structures de la FAO. En conséquence, les organes techniques respectifs de la FIL ont déjà entrepris et poursuivront des travaux sur les questions suivantes:

- i) Spécifications d'hygiène (applicables au produit fini) pour chacune des normes de composition du Code;
- ii) Code d'usages en matière d'hygiène pour l'industrie laitière;
- iii) Normes de composition pour d'autres produits (actuellement pour le lactosérum en poudre);
- iv) Principes régissant l'étiquetage du lait et des produits laitiers (dans le cadre de la Norme Codex pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées);
- v) Classification provisoire des différents types de produits laitiers conformément au Code (produits composites et modifiés);
- vi) Norme générale pour les produits de remplacement (produits analogues au produits laitiers dans lesquels un ou plusieurs ingrédients sont remplacés par des ingrédients non laitiers).

"La FIL est en outre disposée

- à poursuivre le travail mené conjointement par l'AOAC, l'ISO et la FIL sur les méthodes d'échantillonnage et d'analyse;
- à examiner les demandes d'établissement de normes internationales individuelles pour les fromages conformément à la Procédure pour l'élaboration des Normes internationales individuelles pour le fromage (étape 2);
- à revoir les listes d'additifs figurant dans toutes les normes du Code sur la base des décisions découlant des travaux des comités respectifs du Codex;
- à effectuer le travail préparatoire pour la révision des normes du Code, comme prévu par le Comité sur le Code de Principes.

"La FIL estime que ces activités, même au stade préparatoire, doivent prendre en considération les vues légitimes de toutes les parties intéressées. C'est pourquoi elle désire inviter tous les pays, membres ou non, ainsi que les représentants de la FAO et de l'OMS, à prendre part aux travaux en siégeant aux différents groupes de travail. La FIL rendra compte au Secrétariat du Comité des progrès réalisés afin que les gouvernements en soient informés en conséquence."

110. Au cours des discussions sur les diverses déclarations, le Comité a également débattu de la date à laquelle il tiendrait sa prochaine session et il a été généralement convenu que la vingtième session devrait être convoquée dans trois ans environ. Ce laps de temps permettrait de préparer convenablement les travaux qui devront être achevés à la prochaine session, après laquelle le Comité s'ajournera sine die. Il a été en outre convenu qu'un mécanisme très précis devra être établi pour réactiver le Comité avant que celui-ci ne se mette en sommeil. Le Secrétariat a été prié de faire le nécessaire pour que les conclusions des autres Comités du Codex qui intéresseraient le Comité sur les produits laitiers soient communiquées non seulement aux gouvernements des pays membres, mais aussi aux délégués participant aux travaux du Comité laitier.

111. En plus des raisons invoquées par la délégation du Danemark pour convoquer une autre session avant que le Comité ne se mette en sommeil, l'opinion a été exprimée que la session proposée plus haut devrait également se tenir pour encourager un niveau élevé d'acceptation des normes élaborées (et amendées). Il a été convenu que les travaux se poursuivraient et que le Secrétariat devrait continuer, par la suite, à demander aux gouvernements leur avis sur les questions ayant trait aux activités du Comité.

112. Le Comité marque son soutien aux opinions qui ont été exprimées et décide de demander à la Commission d'accorder aux questions soulevées l'attention qu'elles méritent.

113. Au nom du Comité, le Président remercie le représentant de la FIL pour le travail que cette organisation a accompli et pour l'intention qu'elle a manifestée de continuer à accorder son appui aux travaux du Comité.

#### PATES A TARTINER A FAIBLE TENEUR EN MATIERE GRASSE

114. Le Comité note que le Comité du Codex sur les graisses et les huiles prépare actuellement une norme pour les pâtes à tartiner à faible teneur en matière grasse dont les lipides ne proviennent pas essentiellement du lait. Le Comité du Codex sur les graisses et les huiles avait demandé à la Commission du Codex Alimentarius d'indiquer à qui devait incomber la tâche d'élaborer des normes pour les pâtes à tartiner à faible

teneur en matière grasse qui sont uniquement ou principalement à base de lait. La Commission a décidé que le Comité du Codex sur les graisses et les huiles devrait être prié de revoir sa décision compte tenu de l'avis du Comité laitier à ce sujet. Le Comité est convenu que la norme actuellement élaborée par le Comité du Codex sur les graisses et les huiles pour les pâtes à tartiner à faible teneur en matière grasse devrait viser tous les produits à l'exception de ceux dont la matière grasse est exclusivement tirée du lait.

115. La délégation du Danemark, soutenue par les délégations de la France et de la Norvège, a demandé que soit officiellement consigné son avis selon lequel, lorsque sont élaborées des normes couvrant des produits qui contiennent des mélanges de matières grasses laitières et non laitières, il devrait être fait appel aux compétences du Comité des produits laitiers et du Comité du Codex sur les graisses et les huiles. La délégation de la Suède a estimé que la norme pour les pâtes à tartiner à faible teneur en matière grasse, qui est actuellement en préparation au Comité du Codex sur les graisses et les huiles, devrait couvrir tous les types de produits, y compris ceux qui contiennent uniquement de la matière grasse laitière.

#### LAITS IMITATION

116. Le Comité était saisi du document MDS 78/9, qui récapitule les informations envoyées par un certain nombre de gouvernements sur la fabrication des laits imitation. Le Comité, ayant souscrit à la recommandation de la Commission du Codex Alimentarius de ne pas s'engager dans l'étude de normes pour le lait imitation, a brièvement étudié une proposition de la délégation du Danemark en vue d'une "Décision N 6", qui traiterait en termes plus généraux des aspects du lait imitation en matière de composition, d'hygiène et d'additifs alimentaires. Le Comité décide d'en soumettre le texte aux gouvernements pour observations. Le texte du projet de décision N° 6 figure en Annexe V au présent rapport.

#### NORMES INTERNATIONALES INDIVIDUELLES POUR LES FROMAGES

117. Le Comité était saisi du document MDS 78/6 énumérant les demandes d'établissement de normes internationales individuelles qui n'avaient pas encore été traitées par le Comité. Le Comité a rappelé qu'il avait pris, à sa quatorzième session, la décision de différer les travaux sur les demandes d'établissement de normes pour les fromages jusqu'à ce que l'on puisse évaluer avec plus de précision les résultats de la classification des fromages. Ayant terminé son travail sur la nouvelle version de la Norme générale pour le fromage A-6, le Comité décide de ne prendre aucune décision sur les autres demandes jusqu'à ce qu'il soit prouvé qu'il est nécessaire de poursuivre ce travail à l'avenir.

118. Les délégations suivantes ont fait savoir que leurs gouvernements voulaient retirer leurs demandes pour les fromages ci-après:

Danemark	Elbo Tybo Mycella
Norvège	Ekte Geitost Nokkelost Gammelost

Suède

Kaggost  
Västerbottenost  
Prästost

Italie

Taleggio

119. Les délégations de la France et de la Suisse ont demandé que soit officiellement consigné le fait qu'elles font respectivement objection à l'utilisation des appellations "Cantal" et "Sbrinz" dans les demandes adressées par la Turquie et l'Uruguay. L'appellation "Cantal", qui est le nom d'un département français, a été internationalement enregistrée comme appellation d'origine et l'appellation "Sbrinz" est protégée par une appellation d'origine en Suisse et par des accords bilatéraux. La délégation de la Nouvelle-Zélande a demandé que soit officiellement consigné le fait qu'elle maintient sa demande pour le fromage "Egmont".

#### REVISION DE LA NORME POUR LE CREAM CHEESE

120. Le Comité note que les pays déposants n'ont pas fait parvenir au Secrétariat le texte révisé de la norme et que, par conséquent, aucune mesure n'a pu être prise.

#### PROJET DE NORME POUR LA CASEINE ALIMENTAIRE COPRECIPITEE

121. Comme il en avait été décidé à sa dix-huitième session (par. 155), le Comité était saisi d'un document de la FIL contenant un avant-projet de norme pour la caséine coprécipitée (MDS 78/10). Le Comité a été informé que ce produit ne présentait pas une grande importance sur le plan du commerce international et il a été proposé de remettre à plus tard l'élaboration de la norme. Le Comité en décide ainsi. La délégation de la France a estimé que les mots "protéines lactiques alimentaires coprécipi-tées" donnaient une meilleure description du produit que les mots "caséine alimentaire coprécipitée". Le Comité ne prend pas d'autre décision.

#### DEFINITION DE LA PASTEURISATION, DE LA STERILISATION ET DES PROCÉDES UHT

122. Le Comité approuve la suggestion du Secrétariat tendant à ce que les gouvernements soient invités à fournir des informations sur leur législation nationale concernant la définition de la pasteurisation, de la stérilisation et des procédés UHT. Le Comité décide également que le Secrétariat devra demander à la FIL de soumettre au Comité, pour examen à sa vingtième session, les résultats de ses travaux sur ces définitions. La délégation de la République fédérale d'Allemagne a déclaré qu'à son avis, la pasteurisation, la stérilisation et le traitement UHT devaient être comptés parmi les procédés les plus importants du point de vue de l'hygiène et qu'ils devraient faire partie d'un code d'usages en matière d'hygiène pour le lait et les produits laitiers; il faudrait préciser dans ce cas les valeurs minimales et maximales pour le rapport durée/température.

#### COOPERATION FIL/ISO/AOAC DANS LE DOMAINE DES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

123. M. H. Kay, représentant de la FIL, a informé le Comité des travaux effectués par les représentants de la FIL/ISO/AOAC dans le domaine de l'échantillonnage et de l'analyse, au cours de la réunion qu'ils tiennent traditionnellement avant la présente session du Comité. Le rapport de la réunion (MDS 78/12(b)) figure à l'Annexe VII du présent rapport. Le Comité note que ce rapport se réfère aux activités de plus de 30 groupes conjoints d'experts des trois organisations au cours des deux dernières années

et que les résultats de ces travaux sont suivis et évalués par des représentants des trois organisations à l'occasion de réunions périodiques.

124. En outre, le Rapporteur a appelé plus particulièrement l'attention du Comité sur les questions ci-après, qu'il a abordées pendant sa 19ème session:

- i) A propos de la Norme générale pour le fromage (A-6) et de la Norme générale pour les produits à base de fromage fondu (A-8), une méthode pour la détermination de l'extrait sec est en cours de préparation par un groupe de travail conjoint FIL/ISO/AOAC, qui révisé actuellement la norme FIL No. 4. Une nouvelle version de la méthode sera distribuée aux pays membres des trois organisations dans le courant de l'année.
- ii) En ce qui concerne l'analyse des phosphates dans les produits à base de fromage fondu, la FIL dispose d'une méthode permettant de calculer la quantité d'émulsifiants à partir de la teneur en phosphore (déterminée par la Norme B-12). Cette méthode sera réexaminée et envoyée à l'AOAC et à l'ISO en vue de parvenir à un accord.
- iii) Des travaux sont en cours sur les méthodes d'analyse pour la détection de métaux lourds dans les produits laitiers. On a fait remarquer cependant que la mise au point de méthodes agréées à l'échelle internationale exigerait un certain temps, en raison des divergences entre les procédés utilisés selon les pays et des résultats peu satisfaisants obtenus dans les essais comparés de ces méthodes aux niveaux national et international. Il en résultera un certain retard dans l'établissement de doses maximales pour les métaux lourds dans les normes pour les produits laitiers.
- iv) Spécifications microbiologiques pour les produits laitiers anhydres dans le cadre du Code d'usages en matière d'hygiène. Les groupes conjoints des trois organisations s'occupent d'élaborer la méthodologie et les plans d'échantillonnage nécessaires. Etant donné que ces derniers sont étroitement liés aux limites microbiologiques, les groupes conjoints AOAC/ISO/FIL devront étudier ces limites.

125. M. Kay a remercié les représentants de l'AOAC et de l'ISO de leur collaboration constructive et, au nom des trois organisations, il a annoncé que la FIL, l'ISO et l'AOAC étaient disposées à poursuivre leur commun effort en vue d'une normalisation internationale des méthodes d'analyse applicables aux produits laitiers.

126. A propos des méthodes normalisées FAO/OMS No. B-16 et B-17 - Détection des graisses végétales dans les produits laitiers - la délégation de l'Arabie Saoudite a demandé s'il existait une méthode pour la détermination du saindoux dans les fromages fondus. Le représentant de la FIL a informé le Comité que cet aspect n'était pas prévu par ces méthodes, mais que les trois organisations envisageraient la question.

127. Le Comité adopte le rapport figurant dans le document MDS. 78/12(b) et le Président se félicite vivement, au nom du Comité, du travail remarquable accompli par les trois organisations.

#### ACCEPTATION DES NORMES POUR LES PRODUITS LAITIERS - SIGNIFICATION DES DEROGATIONS SPECIFIEES

128. Le Comité a rappelé qu'il avait créé à sa dix-huitième session (1976) un groupe de rédaction chargé d'examiner la signification des dérogations spécifiées dans l'acceptation des normes pour le lait et les produits laitiers aux termes du Code de

principes et/ou des Principes généraux du Codex Alimentarius. Le Comité avait été en général d'accord pour que les propositions de directives que le groupe de rédaction avait élaborées sur cette question soient envoyées aux gouvernements pour examen. Le document MDS 78/3 dont était saisi le Comité contient les vues d'un certain nombre de gouvernements. Dans les directives proposées, il avait été recommandé aux gouvernements d'utiliser les formulaires d'acceptation du Codex pour notifier leurs déclarations d'acceptation. Les directives proposées étaient reproduites en Annexe VII au rapport de la dix-huitième session du Comité et la formule d'acceptation du Codex en appendice à cette même annexe.

129. Le Comité a été informé, à sa présente session, des faits nouveaux qui sont intervenus au sein du Comité du Codex sur les Principes généraux et au sein de la Commission au sujet de "l'acceptation assortie de dérogations spécifiées" et en particulier de la nécessité éventuelle de définir des critères permettant d'établir une ligne de démarcation entre une véritable acceptation et une non-acceptation dans le cas de "l'acceptation assortie de dérogations spécifiées". Le Comité a été informé que c'était là une question au sujet de laquelle il existait deux écoles de pensée aussi bien au sein du Comité du Codex sur les Principes généraux qu'au sein de la Commission et que le Comité du Codex sur les Principes généraux en poursuivrait l'examen à sa prochaine session. Le Comité a été également informé que le Comité du Codex sur les Principes généraux était en général d'accord pour que ces critères, s'ils étaient établis, servent uniquement d'indication pour guider les gouvernements qui auraient à choisir entre l'acceptation assortie de dérogations spécifiées et la non acceptation: il n'est pas question que de tels critères soient utilisés par la Commission et que celle-ci, dans le cas "d'acceptation assortie de dérogations spécifiées", émette un jugement sur la déclaration d'acceptation d'un pays.

130. Compte tenu de ce qui précède, le Secrétariat a proposé des amendements au projet de directives figurant à l'Annexe VII du rapport de la dix-huitième session du Comité. On a expliqué au Comité que les amendements n'avaient d'autre but que de retirer du texte les mots qui impliqueraient que le Comité, à un moment quelconque, porterait un jugement sur les déclarations d'acceptation des gouvernements qui décideraient de notifier leur acceptation en l'assortissant de dérogations spécifiées. Le Comité adopte le texte amendé suivant des directives:

"Signification des dérogations spécifiées dans l'acceptation des normes pour le lait et les produits laitiers dans le cadre du Code de Principes et/ou de la Procédure Codex

#### Directives à l'intention des gouvernements

"Le Comité a étudié l'incidence de la nouvelle procédure d'acceptation Codex eu égard aux normes pour les produits laitiers élaborées dans le cadre du Code de Principes. Etant donné que le Préambule du Code de Principes stipule notamment: "L'objet du présent Code de Principes est de protéger le consommateur de lait et de produits laitiers et de servir la production et l'industrie laitière au stade national et internationa, en:

ASSURANT l'emploi exact de la dénomination "lait" et des dénominations utilisées pour les différents produits laitiers;...

ETABLISSANT (a) des définitions et des dénominations; (b) des normes minima de composition, ...."

le Comité est convenu de recommander aux gouvernements qu'au moment d'envisager l'acceptation de normes, ils considèrent toute déclaration d'acceptation comportant des

facteurs de composition inférieurs aux exigences minimales (dispositions moins rigoureuses) pour une norme comme ne pouvant en aucun cas constituer une acceptation.

"Le Comité est également convenu de recommander aux gouvernements, lorsqu'ils envisagent l'acceptation de normes dans le cadre de la Procédure Codex, de ne pas considérer comme dérogation spécifiée liée à l'acceptation des normes, toute dérogation aux dispositions de la norme concernant les définitions, les facteurs essentiels de composition et le nom du produit, sauf dans des cas très particuliers qui ne vont pas à l'encontre du Code de Principes.

"Le Comité recommande également aux gouvernements d'utiliser, pour notifier leur acceptation, les formulaires d'acceptation des normes Codex recommandées fournis par le Secrétariat de la FAO."

#### DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION

131. Le Comité note que sa vingtième session se tiendra environ dans trois ans. Il a été proposé que cette session ait lieu immédiatement après l'une des sessions annuelles de la FIL, afin de faciliter la participation des délégations venant de pays étrangers. Le Comité demande au Secrétariat de tenir compte de cette suggestion lorsqu'il établira le calendrier des réunions du Codex.

LIST OF PARTICIPANTS\*  
LISES DES PARTICIPANTS  
LISTA DE PARTICIPANTES

ARGEHTINA  
ARGENTINE

luis H. Laurelli  
Embajada Argentine  
Piazza dell'Esquilino, 2  
00185 Rome, Italy

AUSTRALIA  
AUSTRALIE

Dr. J.J. Sullivan  
Commonwealth Dairy Expert  
Department of Primary Industry  
10-16 Qaeen Str.  
Melbourne, Australia

AUSTRIA  
AUTRICHE

E. Doringe  
Milchwirtschaftsfonds  
Franz Josefstr. 19  
A-502Û Salzburg, Austria

BAHRAIN  
BAHREIN

J.H. Ahmed  
O.I.C. Dairy Project  
Ministry of Commerce and Agriculture  
P.O. Box 251  
Manama, Bahrain

BELGIUM  
BELGIQUE  
BELGIGA

R. van Havere  
Ministère de la santé publique et de la  
famille  
Cité administrative de l'Etat  
Quartier Vésale, 4  
B-1010 Bruxelles, Belgium

CANADA

W.A. Breckman  
Chief of Programs  
Dairy Division, Agriculture Canada  
Rm 447 Sir John Carling Bldg  
Ottawa, Ontario K1A0C5, Canada

Dr. K.A. Devlin  
Health & Welfare Canada  
Health Protection Branch, Food  
Directorat  
Tonney's Pasture  
Ottawa, Ontario KI OL2, Canada

CHILE  
CHILI

Manuel Atria  
Representante alterno  
Embajada de Chile  
Via Santa Prisca, 15  
00153 Rome, Italy

COLOMBIA  
COLOMBIE

A. Zalamea  
Representante permanente  
Embajada de Colombia  
Via Pisanelli, 4  
00196 Rome, Italy

CYPRUS  
CHYPRE  
CHIPRE

I. Karis  
Industrial Extension Officer  
Cyprus Organization for Standards and  
Control of Quality  
c/o Ministry of Commerce and Industry  
Nicosia, Cyprus

R. Symeon  
Government Analyst  
Cyprus Organisation for Standards and  
Control of Quality  
c/o Ministry of Commerce and Industry  
Nicosia, Cyprus

DENMARK  
DANEMARK  
DINAMARCA

K.P. Andersen  
The Danish Dairy Federation  
Frederiks Allé 22  
DK-8000 Aarhus C, Denmark

P. Kristensen  
The Danish Dairy Federation  
Frederiks Allé 22  
DK-8000 Aarhus C, Denmark

Dr. E. Mailing Olsen  
Senior Veterinary Officer  
Veterinary Service  
Frederiksgade 21  
DK-1265 Copenhagen, Denmark

N.E. Michaelsen  
The State Quality Control for Dairy  
Products and Eggs etc.  
Skt. Annae Plads 3  
DK-1250 Copenhagen K, Denmark

E. Rasmussen  
The State Quality Control for Dairy  
Products and Eggs etc.  
Skt. Annae Plads 3  
DK-1250 Copenhagen K, Denmark

P. Bock  
Ministry of Agriculture  
Havregade 31  
Copenhagen, Denmark

EGYPT  
EGYPTE  
EGIPTO

Dalam Naim  
Director of Dairy and Food Canning  
Ministry of Public Health  
Cairo, Egypt

FINLAND  
FINLANDE  
FINLANDIA

A. Kastinen  
Chief Officer  
The National Board of Trade and  
Consumer Interests  
Haapaniemenk 4 B  
SF-00530 Helsinki 53, Finland

E. Uusi-Rauva  
State Control Office for Dairy Products  
Vattuniemenkuja 6  
SF-00210 Helsinki 21, Finland

E. Timonen.  
Valio Laboratory  
Kalevankatu 56 B  
SF-00180 Helsinki 18, Finland

A. Lehto  
Director  
Box 390  
SF-00101 Helsinki 10, Finland

FRANCE  
FRANCIA

A. Desez  
Inspecteur général de la Répression des  
fraudes  
Direction de la qualité  
Ministère de l'agriculture  
44, "boulevard de Grenelle  
F-75015 Paris, France

A. Eck  
Directeur des études professionnelles  
Fédération nationale de l'industrie  
laitière  
140, boulevard Haussmann  
F-75008 Paris, France

J. Olry  
Vétérinaire Inspecteur  
Direction de la qualité  
Service Vétérinaire d'hygiène  
alimentaire  
44-46 boulevard de Grenelle  
F-75015 Paris Cedex 15, France

M.C. Ponsin  
140, boulevard Haussmann  
F-75008 Paris, France

J.P. Patart  
Directeur des études extérieures  
8, rue de Penthièvre  
F-75008 Paris, France

GERMANY FED. REP. OF  
ALLEMAGNE, REP, FED. D'  
ALEMANIA, REP. FED. DE

H. Mahnn  
Verbdsgeschführer  
Schadestr. 11  
D-53 Bonn, Fed.Rep.of Germany

G. Hárig  
German Dairy Federation  
Meckenheimer Allee 137  
D-5300 Bonn, Fed.Rep.of Germany

K. Glandorf  
Lebensmittelchemikerin  
Feldbergstr. 79  
D-6800 Mannheim 1, Fed.Rep.of  
Germany

Dr. K.H. Schlegel  
Frauensteinstr. 10  
D-6000 Frankfurt 1, Fed.Rep. of  
Germany

Dr. H.B. Tolkmitt  
Schwanenwit 33  
D-2000 Hamburg 76, Fed.Rep.of  
Germany

G. Belitz  
Oberregierungsrat im  
Bundesministerium für Ernährung,  
Landwirtschaft und Forsten  
Rochusstr. 1  
D-5300 Bonn, Fed.Rep.of Germany

Dr. G. Kothmann  
Bundesministerium für Jugend, Familie  
und Gesundheit  
Deutschherrenstr. 87  
D-5300 Bonn 2, Fed.Rep.of Germany

HUNGARY  
HONGRIE  
HUNGRIA

Dr. G. Uzonyi  
Head of Laboratory  
State Control Station for Dairy Products  
1113 Budapest  
Bartók B. ut 102, Hungary

ISLANES  
ISLANDIA

G. Hannesson  
Director Food Control Lab.  
Icelandic Food Control Lab.  
Post Office Box 5285  
Skiopholt 15  
Reykjavik, Iceland

IRAN

A. Farkhondeh  
Director, Dept. of Food Hygiene  
University of Tehran  
P.O. Box 3262  
Tehran, Iran

S. Hadjian-Pour  
I.S.I.R.I.  
P.O. Box 2937  
Tehran, Iran

Mahmoud-Abed Salimi  
Director for Dairy and Meat Complexes  
of Ministry of Agriculture and Rural  
Development  
Bld.Elizabeth  
Tehran, Iran

H. Shelechi  
Production Manager  
Pak Dairy Company  
P.O. Box 2252  
Tehran, Iran

IRLANDE  
IRLANDA

P. Dowling  
Inspector  
Dept. of Agriculture  
Agriculture House  
Kildare St.  
Dublin 2, Ireland

ISRAEL

F. Pollack  
Dairy Technologist  
Central Tnuva  
P.O. Box 7083  
Tel Aviv, Israel

ITALY  
ITALIE  
ITALIA

P. Possagno  
Ministero dell'agricoltura  
Via XX Settembre 20  
00187 Roma, Italy

I. Zaffino  
Ministero della Sanità  
Direzione Generale Igiene Alimenti e  
Nutrizione  
Piazza Marconi, 25  
00144 Roma, Italy

A. Pederzini  
Galat Laboratories  
Via Guido Reni, 33  
00196 Roma, Italy

E. Carnovale  
Istituto Nazionale della Nutrizione  
Via Lancisi, 29  
00161 Roma, Italy

G.C. Emaldi  
Direttore  
Istituto Sperimentale Lattiero Caseario  
Via Lombardo 1  
20075 Lodi, Italy

JAPAN  
JAPON

K. Namba  
Deputy Director  
Veterinary Sanitation Division  
Environmental Health Bureau  
Ministry of Health and Welfare  
1-2-2, Kasumigaseki, Chiyoda-Ku  
Tokyo, Japan

S. Iwakura  
Milk and Milk Products Division  
Livestock Industry Bureau  
Ministry of Agriculture and Forestry  
1-2-1, Kasumigaseki, Chiyoda-Ka  
Tokyo, Japan

T. Furuya  
Japan Dairy Association  
3 Kioi-Cho, Chiyoda-Ku  
Tokyo, Japan

KENYA

N.M. Masai  
Ministry of Health  
P.O. Box 30016  
Nairobi, Kenya

J.M. Ng'ang'a  
Veterinary Laboratories  
P.O. Kabete  
Nairobi, Kenya

KUWAIT  
KOWEIT

M.E. Al Fassam  
Kuwait Municipality  
Sanitary Authority  
Kuwait

Y.K. Al-Mutawa  
Head of Public Health Lab.  
Ministry of Health  
Kuwait

MALI

B. Kadiaton  
Directeur de l'Union laitière de Bamako  
B. P. 20  
Bamako, Mali

NETHERLANDS  
PAYS-BAS  
PAISES BAJOS

R. Klomp  
Animal and Husbandry Division  
Ministry of Agriculture and Fisheries  
P.O. Box 20401  
2500 EK The Hague, Netherlands

Ir. J.B. Roos  
Director, Government Dairy Station  
P.O. Box 9021  
2300 PA Leiden, Netherlands

Ch. Meyer  
Secretary Dairy Produce Commodity  
Board  
Sir Winston Churchilllaan 275  
Ryswyk, Netherlands

L.H. Halbesma  
Ministry of Agriculture and Fisheries  
Bezuidenhoutseweg 73  
The Hague, Netherlands

J.M. van der Bas  
Kastanjelaan 7  
P.O. Box 250  
Leusden C, Netherlands

R.F. van der Heide  
Public Health Inspection  
Ministry of Public Health  
Reijersstraat 10  
Leidschendam, Netherlands

NEW ZEALAND  
NOUVELLE ZELANDE  
NUEVA ZELANDIA

T.L. Hall\*  
c/o New Zealand High Commission  
New Zealand House  
Hay Market  
London, United Kingdom

R.E.W. Elliott  
Ministry of Agriculture & Fisheries  
P.O. Box 2298  
Wellington, New Zealand

\*Chairman/Président/Presidente

K.J. Kirkpatrick  
New Zealand Dairy Board  
P.O. Box 417  
Wellington, New Zealand

NORWAY  
NORVEGE  
NORUEGA

A. Oterholm  
Technical Director  
Norwegian Dairies' Sales Association  
P.O. Box 9051  
Vaterland  
Oslo 1, Norway

H. Simonsen  
Director  
The Royal Ministry of Agriculture  
Oslo Dept.  
Oslo 1, Norway

P. Slagsvold  
Bredgt. 10  
Oslo, Norway

PHILIPPINES  
FILIPINAS

P.Z. Regala  
Sr. Researcher  
Food & Drug Administration, Dept. of  
Health  
Manila, Philippines

M.G. Yap  
Senior Research Chemist  
Food & Drug Administration, Dept. of  
Health  
Manila, Philippines

POLAND  
POLOGNE  
POLONIA

J. Rybicki  
Quality Inspection Office  
Ministry of Foreign Trade and Shipping  
Stepinskastr. 9  
00-957 Warsaw, Poland

K. Adamik  
Dairy Technology Institute  
Technology Department  
Hozastr. 66/68  
Warsaw, Poland

SAUDI ARABIA  
ARABIE SAUDITE  
ARABIA SAUDITA

A.E. Hamdy  
Saudi Arabian Standard Organisation  
P.O.Box 3437  
Riyadh, Saudi Arabia

M.H. Salamah  
Saudi Arabia Standards Organization  
P.O. Box 3437  
Riyadh, Saudi Arabia

SOMALIA  
SOMALIE

A.J. Mohamed  
Permanent Representative  
Somali Embassy  
Via dei Gracchi, 305  
00192 Roma, Italy

SPAIN  
ESPAGNE  
ESPANA

P. Ballester  
Jefe de la Sección de Industrias Lácteas  
Dirección general de industrias agrarias  
Ministerio de Agricultura  
Paseo Infanta Isabel, 1  
Madrid, Spain

SUEDE  
SUECIA

O. Ågren  
Deputy Head of Food Standards  
Division  
Codex Secretariat  
National Food Administration  
Box 622S-751 26 Uppsala, Sweden

J. Ekman  
Rönnstigen, 3B  
S-752 52 Uppsala, Sweden

T. Frennborn  
Director  
Swedish Government Control Board of  
Dairy Products and Eggs  
KMA, Box 477  
S-20124 Malmö, Sweden

K. Winberg  
M.Sc. Chem. Eng.  
National Food Administration  
Food Standards Division  
Box 622  
S-751 26 Uppsala, Sweden

SWITZERLAND  
SUISSE  
SUIZA

E. Matthey  
Chef de la Division du Contrôle des  
denrées alimentaires  
Service fédéral de l'hygiène publique  
Haslerstrasse 16  
CH-3008 Berne, Switzerland

C. Landolt  
Director  
untere Beichlenstr, 3  
CE -3550 Langnau i.E., Switzerland

G. Burfhalter  
Dipl. Ing. Agr. et H.  
CH3028 Spiegel/Berne, Switzerland

M. Crot  
Division de l'agriculture  
Mattenhofstrasse 5  
CH-3000 Berne, Switzerland

Dr. G.F. Schubiger  
Case postale 88  
CH-1814 La Tour de Peilz, Switzerland

UNTEED EINGDOM  
ROYAUME-UNI  
RSINO UNIDO

F.S. Anderson  
Principal  
Ministry of Agriculture, Fisheries and  
Food  
Great Westminster House  
Horseferry Road  
London SW1P 2AE, United Kingdom

I.M.V. Adams  
Principal Scientific Officer  
Ministry of Agriculture, Fisheries and  
Food  
R 436  
Great Westminster House  
Horseferry Road  
London SW1P 2AE, United Kingdom

Dr. E. Green  
Director Technical Division  
Milk Marketing Board  
Thames Ditton  
Surrey, United Kingdom

P. Hoare  
Unigate Technical Centre  
Church Street  
Bradford-on-Avon, Wiltshire, United  
Kingdom

D. Lambert  
Dept. of Health and Social Security,  
Room A304  
Alexander Fleming House  
Elephant & Castle  
London SE, United Kingdom.

UNITED STATES OF AMERICA  
ETATS-UNIS D'AMERIQUE  
ESTADOS UNIDOS DE AMERICA

J.A. Rubis  
Deputy Director  
Poultry and Dairy Quality  
Food Safety and Quality Service  
U.S. Department of Agriculture  
Washington, D.C. 20250, USA

Dr. R.W. Weik  
Assistant to Director  
Bureau of Foods (HFF 4)  
Food and Drug Administration  
200 G Street S.W.  
Washington, D.C. 20204, USA

W.L. Arledge  
Chairman Stds. and Research Comm.  
American Dry Milk Inst.  
Dairymen, Inc.  
604 Portland Bldg.  
200 W. Broadway  
Louisville, KY. 40202, USA

E.T. McGarahan  
Chief, Dairy & Lipid Products Branch  
Bureau of Foods, (HFF 415)  
Food and Drug Administration  
200 C Street S.W.  
Washington, D.C. 20204, USA

V.L. Zehren  
Chairman, Research Committee  
National Cheese Institute  
L.D. Schreiber Cheese Co., Inc.  
425 Pine Street  
Green Bay, Wisconsin 54305, USA

U.S.S.R.  
U.R.S.S.

I. Karpouk  
The Ministry of Health  
Rachmanowsky 3  
Moscow, USSR

YUGOSLAVIA  
YOUgosLAVIE

Z. Zivković  
Savezni Zavod Za Standardizaciju  
Slobodana Penezića 35  
Beograd, Yugoslavia

J. Lukac-Skelin  
Faculty of Agriculture  
Dairy Department  
Simunska 25  
41000 Zagreb, Yugoslavia

OBSERVER COUNTRY  
PAYS OBSERVATEUR  
PAIS OBSERVADOR

SOUTH AFRICA  
AFRIQUE DU SUD  
SUDAFRICA

C.P. Greyling  
Private Bag X258  
Pretoria 0001, South Africa

INTERNATIONAL ORGANIZATIONS  
ORGANISATIONS INTERNATIONALES  
ORGANIZACIONES  
INTERNACIONALES

ASSOCIATION OF OFFICIAL  
ANALYTICAL CHEMISTS (AOAC)

Dr. R.W. Weik  
Assistant to Director  
Bureau of Foods (HFF 4)  
Food and Drug Administration  
200 C Street S.W.  
Washington, D.C.20204, USA

M. Tuinstra-Lauwaard  
European Representative of AOAC  
Langhoven, 12  
6721 SR-Bennekom, Netherlands

EUROPEAN ECONOMIC COMMUNITY  
(EEC)

G. Vos  
Administrateur principal, DG III/A/3  
200 rue de la Loi  
B-1049 Bruxelles, Belgium

G. Castille  
Administrateur principal  
200 rue de la Loi  
B-1049 Bruxelles, Belgium

INTERNATIONAL DAIRY  
FEDERATION (IDF)

Dr. H.W. Kay  
Hermann Weigmannstr. 1  
D-2300 Kiel, Fed. Rep. of Germany

L.J. Poortvliet  
Zuidergrachtswal 4  
Postbus 343  
8901 BC Leenwarden, Netherlands

H. Keller  
c/o Nestec S.A.  
CH-1814 La Tour de Peilz, Switzerland

INTERNATIONAL PECTIN  
PRODUCERS ASSOCIATION (IPPA)

O. Christensen  
Technical Director  
The Copenhagen Pectin Factory, Ltd.  
4623 Lille Skensved, Denmark

INTERNATIONAL ORGANIZATION  
FOR STANDARDIZATION (ISO)

Ir. J.B. Roos  
Director, Government Dairy Station  
P.O. Box 9021  
2300 PA Leiden, Netherlands

S. Boelsma  
Government Dairy Station  
P.O. Box 9021  
2300 PA Leiden, Netherlands

ASSOCIATION MONDIALE DES  
INDUSTRIES DE TRAITEMENT DES  
ALGUES MARINES (MARINALG)

P. Deville  
11, avenue Morane Saulnier  
F-78140 Vélizy Villacoublay, France

WHO PERSONNEL  
PERSONNEL DE L'OMS  
PERSONAL DE LA OMS

Dr. L. Reinius  
Food Hygienist  
Division of Communicable Diseases  
WHO, Avenue Appia  
CH-1211 Geneva 27, Switzerland

FAO PERSONNEL  
PERSONNEL DE LA FAO  
PERSONAL DE LA FAO

ANIMAL PRODUCTION AND HEALTH  
DIVISION

Dr. F. Winkelmann  
Livestock Research and Education  
Service  
FAO, Via delle Terme di Caracalla  
00100 Rome, Italy

JOINT FAO/WHO FOOD STANDARDS  
PROGRAMME

G.O. Kermode  
Officer-in-charge  
Food Policy and Nutrition Division  
FAO, Via delle Terme di Caracalla  
00100 Rome, Italy

H.J. McNally  
Officer-in-charge  
Food Standards and Food Science  
Service  
FAO, Via delle Terme di Caracalla  
00100 Rome, Italy

W.L. de Haas  
Food Standards Officer  
Food Standards and Food Science  
Service  
FAO, Via delle Terme di Caracalla  
00100 Rome, Italy

- \* The Heads of delegations are listed first; Alternates, Advisers and Constatants are listed in alphabetical order.  
Les chefs de délégations figurent en tête; les suppléants, conseillers, consultants sont émunérés par ordre alphabétique.  
Figuran en primer lugar los Jefes de las delegaciones; los Suplentes, Asesores y Consultores aparecen por orden alfabético.

Soumise aux Gouvernements pour acceptation

NORME GENERALE RECOMMANDEE POUR LE FROMAGE

Norme A-6  
Etape.6

1. CHAMP D'APPLICATION

La présente norme s'applique à tous les produits conformes à la définition du fromage figurant au paragraphe 2 de la présente norme, y compris les variétés de fromages pour lesquelles des normes individuelles ou de groupe ont été élaborées. Sous réserve des dispositions de la présente norme, les normes relatives à des variétés individuelles de fromages ou à des groupes de variétés de fromages peuvent contenir des dispositions plus spécifiques que celles prévues dans la présente norme, auquel cas ces dispositions plus spécifiques s'appliqueront à la variété individuelle ou aux groupes de variétés de fromages. La norme ne s'applique pas aux fromages de lactosérum.

2. DEFINITION

Le fromage est le produit frais ou affiné, solide ou semi-solide, obtenu:

- a) par coagulation de lait, lait écrémé, lait partiellement écrémé, crème, crème de lactosérum ou babeurre, seuls ou en combinaison, grâce à l'action de la présure ou d'autres agents coagulants appropriés et par égouttage partiel du lactosérum résultant de cette coagulation, ou
- b) par l'emploi de techniques de fabrication entraînant la coagulation du lait et/ou des matières provenant du lait, de façon à obtenir un produit fini ayant les mêmes caractéristiques physiques, chimiques et organoleptiques essentielles que le produit défini au paragraphe a).

3. ADDITIONS

3.1 Substances aromatisantes

Dans le cas des fromages faisant l'objet d'une norme internationale individuelle ou de groupe, seules peuvent être utilisées les additions prévues dans ladite norme. Des substances aromatisantes naturelles ne provenant pas du lait, par exemple des épices, peuvent être ajoutées en quantité telle qu'elles puissent être considérées uniquement comme des aromatisants, sous réserve qu'elles ne soient pas destinées à remplacer l'un quelconque des constituants laitiers et que le fromage demeure le principal élément constitutif,

3.2 Autres additions

Dans le cas des fromages ne faisant pas l'objet d'une norme internationale individuelle ou de groupe, seules peuvent être utilisées les additions qui sont technologiquement nécessaires et dont l'emploi est autorisé par une norme internationale individuelle ou de groupe applicable à un type de fromage analogue, selon la classification donnée en annexe, ou à défaut, à un type de fromage présentant les caractéristiques les plus proches.

## 4. ETIQUETAGE

Outre les sections 1, 2, 4 et 6 de la Norme générale internationale recommandée pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées (CAC/RS 1-1969), les dispositions spécifiques suivantes sont applicables.

### 4.1 Nom du produit

4.1.1 Tous les produits portant le nom de "fromage" ou d'une variété de fromage doivent être conformes aux dispositions de la présente norme.

4.1.2 Les produits conformes à la norme seront désignés par le nom de "fromage" et porteront le nom de la variété en cause ou le nom fantaisie s'il en existe un; toutefois si le fromage fait l'objet d'une norme individuelle ou de groupe ou s'il est défini par la législation nationale, on peut n'exiger que la désignation spécifique.

4.1.3 La dénomination sera accompagnée d'une déclaration indiquant:

- a) la désignation appropriée conformément à la classification des fromages figurant en appendice;
- b) la teneur minimale en matière grasse dans l'extrait sec et/ou la teneur en matière grasse exprimée en pourcentage massique; toutefois une telle déclaration n'est pas nécessaire dans les pays où s'effectue la vente au détail si:
  - i) la norme internationale ou de groupe est applicable au fromage, ou si
  - ii) la législation nationale définit la composition du fromage.

4.1.4 Lorsque, pour la fabrication du produit, on utilise exclusivement du lait autre que du lait de vache, un ou plusieurs mots désignant l'animal qui produit le lait devraient figurer immédiatement avant ou après la dénomination du produit et lorsque des laits provenant de plusieurs espèces animales sont mélangés, ils devraient être déclarés dans l'ordre de proportion décroissante. Cette déclaration n'est pas nécessaire si son omission ne risque pas d'induire le consommateur en erreur.

4.1.5 L'adjonction d'épices ou d'autres substances aromatisantes naturelles doit être indiquée, sauf dans le cas des fromages où la présence de ces substances constitue une caractéristique traditionnelle.

### 4.2 Ingrédients

Les ingrédients autres que ceux obtenus à partir du lait, les cultures de levain, la présure et les enzymes coagulantes doivent être déclarés sur l'étiquette par ordre décroissant selon leur proportion.

### 4.3 Poids net

Le poids net doit être déclaré d'après le système métrique (unités du "Système international") ou le système avoirdupois, ou d'après ces deux systèmes de mesure, selon les règlements du pays où le fromage est vendu.

### 4.4 Nom et adresse

Le nom et l'adresse du fabricant, de l'emballleur, du distributeur, de l'importateur, de l'exportateur ou du vendeur de la denrée doivent être déclarés.

#### 4.5 Pays de fabrication

Le pays où le fromage est fabriqué doit être déclaré si son omission risque d'induire le consommateur en erreur. En particulier, les fromages qui portent le nom d'une variété et ne sont pas fabriqués dans le pays d'origine de la variété doivent porter le nom du pays producteur même lorsqu'ils sont vendus sur le marché intérieur.

#### 4.6 Identification des lots

Le fromage doit porter un numéro de "lot" et une inscription qui permette de déterminer l'origine et la date de production.

#### 4.7 Fromage fabriqué à partir de lait recombinaé ou reconstitué

Les fromages conformes à la présente norme et fabriqués à partir de lait écrémé, de lait partiellement écrémé ou de crème recombinaés ou reconstitués peuvent porter la désignation "fromage", à condition que figure bien en vue sur l'étiquette la mention "fabriqué à partir de (x) recombinaé" ou "fabriqué à partir de (X) reconstitué", "X" représentant selon les cas le lait, le lait écrémé, le lait partiellement écrémé ou la crème. Cette disposition d'étiquetage ne doit pas s'appliquer au lait écrémé reconstitué utilisé pour la préparation des levains ou pour la standardisation du rapport matière grasse/caséine.

#### 4.8 Datage

La date de durabilité minimale doit être clairement indiquée pour:

- le fromage frais emballé par le fabricant
- le fromage affiné préemballé en morceaux, en tranches ou râpé.

Aucune date n'est exigée pour le fromage entier en cours d'affinage.

#### 4.9 Fromage en vrac

Dans le cas du fromage en vrac, les renseignements exigés aux alinéas 4.1 à 4.7 devront figurer sur le fromage ou sur les documents d'expédition.

### 5. METHODES D'ECHANTILLONNAGE ET D'ANALYSE

#### 5.1 Echantillonnage

Conformément à la Norme FAO/OMS No B-1 "Méthodes normalisées de prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers", par. 2 et 7.

#### 5.2 Teneur en matière grasse

Conformément à la Norme FAO/OMS No B-3 "Détermination de la teneur en matière grasse du fromage et des fromages fondus".

#### 5.3 Extrait sec

Conformément à la norme FAO/OMS No B- (qui doit encore être élaborée).

TERMINOLOGIE APPLICABLE A LA CLASSIFICATION DES FROMAGES

1. Définitions

1.1 Le fromage "affiné" est du fromage qui n'est pas prêt à la consommation immédiatement après la fabrication, qui doit être maintenu pendant un certain temps à la température et dans les conditions nécessaires pour que s'opèrent les changements biochimiques et physiques caractéristiques du fromage.

1.2 Le fromage "affiné aux moisissures" est un fromage affiné où l'affinage est provoqué essentiellement par la prolifération de moisissures caractéristiques dans la masse et/ou sur la surface du fromage.

1.3 Le fromage "frais ou non affiné" est du fromage qui est prêt à la consommation peu de temps après la fabrication,

2. Classification des fromages en fonction de la consistance, de la teneur en matière grasse et des principales caractéristiques d'affinage

La classification suivante sera applicable à tous les fromages visés par la présente norme. Elle n'exclut pas, toutefois, l'indication de données plus précises dans les normes individuelles pour les fromages.

Formule I	Formule II	Formule III
TEFD* Le premier élément de % la dénomination sera	MGES** Le second élément de % la dénomination sera	Dénomination d'après les principales caractéristiques d'affinage
<p>&lt; 51 Pâte extra-dure</p> <p>49-56 Pâte dure</p> <p>54-63 Pâte demi-dure</p> <p>61-69 Pâte demi-molle</p> <p>&gt; 67 Pâte molle</p>	<p>&gt; 60 A. Extra gras</p> <p>45-60 B. Tout gras</p> <p>25-45 C. Mi-gras</p> <p>10-25 D. Quart-gras</p> <p>&lt; 10 E. Maigre</p>	<p>1. Affiné</p> <p style="padding-left: 20px;">a. principalement en surface</p> <p style="padding-left: 20px;">b. principalement dans la masse</p> <p>2. Affiné aux moisissures</p> <p style="padding-left: 20px;">a. principalement en surface</p> <p style="padding-left: 20px;">b. principalement dans la masse</p> <p>3. Frais</p>

\* TEFD = Pourcentage de la teneur en eau dans le fromage dégraissé, c'est-à-dire:

$$\frac{\text{Poids de l'eau dans le fromage}}{\text{Poids total du fromage} - \text{matière grasse dans le fromage}} \times 100$$

\*\* MGES = Pourcentage de la matière grasse dans l'extrait sec, c'est-à-dire:

$$\frac{\text{Teneur en matière grasse du fromage}}{\text{Poids total du fromage} - \text{eau dans le fromage}} \times 100$$

Exemple;

Soit, par exemple, un fromage ayant une TEFD de 57% et une MGES de 53% qui est affiné de la même manière que le roquefort. Le nom en serait alors:

Pâte demi-dure

(Formule I)

Tout gras

(Formule II)

Fromage affiné aux moisissures  
dans la masse

(Formule III)

Soumise aux gouvernements pour acceptation

NORME GENERALE RECOMMANDEE POUR LE FROMAGE FONDU ET LE  
FROMAGE FONDU POUR

1. DEFINITION

Le fromage fondu et le fromage fondu pour tartine portant un nom de variété sont obtenus par broyage, mélange, fonte et émulsification, sous l'action de la chaleur et d'agents émulsifiants, d'une ou plusieurs variétés de fromage, avec ou sans adjonction de denrées alimentaires conformément aux dispositions du paragraphe 2.

2. INGREDIENTS FACULTATIFS

2.1 On pourra ajouter de la crème, du beurre et de la graisse butyrique en quantités suffisantes pour que la teneur en matière grasse du produit satisfasse aux prescriptions minimales correspondantes.

2.2 Sel (chlorure de sodium).

2.3 Vinaigre.

2.4 Epices et autres condiments végétaux en quantités suffisantes pour caractériser le produit.

2.5 Afin d'aromatiser le produit, des denrées alimentaires autres que des sucres, bien cuites ou ayant subi une autre préparation appropriée peuvent être ajoutées en quantités suffisantes pour caractériser le produit, à condition que ces adjonctions, calculées sur l'extrait sec, ne dépassent pas un sixième du poids de l'extrait sec total du produit fini.

2.6 Cultures de bactéries et d'enzymes inoffensives.

3. ADDITIFS ALIMENTAIRES

3.1 Emulsifiants

Sels de sodium, de sodium-aluminium, de potassium et de calcium des acides mono-, di et polyphosphoriques  
Sels de sodium, de potassium et de calcium de l'acide citrique  
Acide citrique et/ou acide phosphorique avec du bicarbonate de sodium et/ou du carbonate de calcium

3.2 Acidifiants/agents de contrôle du pH

Acide citrique  
Acide phosphorique  
Acide lactique  
Acide acétique  
Bicarbonate de sodium et/ou carbonate de calcium

Concentration maximale dans le produit fini

40 g/kg, seuls ou en combinaison, calculés en substances anhydres; toutefois, la proportion de composés phosphorés d'ajout ne doit pas dépasser 9 g/kg, calculés en phosphore

<p>3.3 <u>Colorants</u>  Rocou<sup>1</sup>  Bêta-carotène  Chlorophylle, y compris la chlorophylle cuprique (Colour Index No. 75810)  Riboflavine  Oléorésine de paprika  Curcumine<sup>1</sup></p>	<p>Limitée par les bonnes pratiques de fabrication (BPF)</p>
<p>3.4 <u>Agents de conservation</u></p> <p>3.4.1 Soit l'acide sorbique et ses sels de sodium et de potassium soit l'acide propionique et ses sels de sodium et de calcium</p> <p>3.4.2 Nisine</p>	<p>3000 mg/kg seuls ou en combinaison, exprimée en ) acides</p> <p>12,5 mg de nisine pure par kg.</p>

1 Confirmation provisoire par le Comité du Codex sur les Additifs Alimentaires.

#### 4. TRAITEMENT THERMIQUE

Au cours de leur fabrication, les produits conformes à la définition de la présente norme doivent être chauffés dans la masse à une température de 70°C maintenue pendant. 30 secondes; on pourra adopter toute autre combinaison équivalente ou supérieure de durée et de température.

#### 5. COMPOSITION ET DENOMINATION

##### 5.1 Dénomination

5.1.1 Quand un nom de variété sert à décrire un fromage fondu ou un fromage, fondu pour tartine, le mélange de fromages à partir duquel est fabriqué le produit doit renfermer au moins 75% de la variété de fromage citée. Les autres fromages utilisés doivent appartenir au même type.

5.1.2 Lorsque plusieurs noms de variétés servent à décrire un produit, seules ces variétés peuvent être utilisées dans la fabrication du produit.

5.1.3 Il faut noter à cet égard que le gruyère et l'emmental sont interchangeables.

##### 5.2 Composition du fromage fondu portant un nom de variété

5.2.1 La teneur minimale en matière grasse laitière dans l'extrait sec ne doit pas être inférieure à celle prescrite dans la norme internationale individuelle pour la variété de fromage considérée et, dans le cas où plusieurs variétés ont été utilisées, elle ne doit pas être inférieure à la moyenne arithmétique des teneurs en matière grasse dans l'extrait sec prévues dans les normes pertinentes.

5.2.2 La teneur minimale en extrait sec ne doit pas être inférieure de plus de 4 pour cent à la teneur minimale en extrait sec prescrite dans la norme internationale pour la variété considérée et, dans le cas où plusieurs variétés ont été utilisées, elle ne doit pas être inférieure de plus de 4 pour cent à leur moyenne arithmétique. Le gruyère ou l'emmental fondus sont exemptés de cette disposition et leur teneur minimale en extrait sec doit être de 50 pour cent.

5.2.3 Dans le cas de variétés pour lesquelles il n'existe aucune norme internationale, la teneur minimale en extrait sec doit correspondre à la teneur en matière grasse dans l'extrait sec, conformément au tableau ci-après:

<u>Matière grasse laitière</u> <u>dans l'extrait sec</u> <u>(pourcentage)</u>	<u>Extrait sec</u> <u>(pourcentage minimum)</u>
65	53
60	52
55	51
50	50
45	48
40	46
35	44
30	42
25	40
20	38
15	37
10	36
moins de 10	34

Si ces dispositions diffèrent de la législation nationale du pays de consommations cette dernière prévaudra pour les variétés ne faisant l'objet d'aucune norme internationale.

### 5.3 Composition des fromages fondus pour tartine portant un nom de variété

5.3.1 La teneur minimale en matière grasse laitière dans l'extrait sec ne doit pas être inférieure à celle prescrite pour la variété concernée dans la norme internationale individuelle visant ce fromage.

5.3.2 La teneur minimale en extrait sec doit être conforme au tableau ci-après;

<u>Matière grasse laitière</u> <u>dans l'extrait sec</u> <u>(pourcentage)</u>	<u>Extrait sec</u> <u>(pourcentage minimum)</u>
65	45
60	44
55	44
50	43
45	41
40	39
35	36
30	33
25	31
20	29
15	29
10	29
moins de 10	29

Si ces dispositions diffèrent de la législation nationale du pays de consommation, cette dernière prévaudra pour les variétés ne faisant l'objet d'aucune norme internationale.

## 6. ETIQUETAGE

Les dispositions d'étiquetage ci-après sont sujettes à confirmation par le Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires. Outre les sections 1, 2, 4 et 6 de la Norme générale pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées (document No. CAC/RS 1-1969), les dispositions spécifiques suivantes sont applicables:

## 6.1 Nom du produit\*

\* Dans certains pays francophones et hispanophones, il n'est pas nécessaire de faire figurer le mot "fromage" ou "queso" dans le nom du produit quand un nom de variété est utilisé pour décrire le fromage fondu ou le fromage fondu pour tartine.

6.1.1 Un produit fabriqué conformément aux dispositions de l'alinéa 5.1.1 devra prendre l'appellation "fromage fondu" ou "fromage fondu " ou fromage fondu pour tartine" ou "fromage fondu pour tartine " (on inscrira dans l'espace blanc prévu à cet effet le nom de la variété utilisée).

6.1.2 Un produit fabriqué conformément aux dispositions de l'alinéa 5.1.2 devra prendre l'appellation "fromage \_\_\_\_ et fondu" ou "fromage fondu et \_\_\_\_", ou "fromage \_\_\_\_ et fondu pour tartine" ou "fromage fondu pour tartine \_\_\_\_ et \_\_\_\_", les noms des variétés étant indiqués par ordre décroissant selon leur proportion.

6.1.3 Dans le cas des fromages fondus ou des fromages fondus por tartine portant un nom de variété qui contiennent des épices ou des denrées alimentaires naturelles, utilisées conformément aux dispositions des alinéas 2.3 et 2.4 respectivement, le produit considéré doit porter celle des appellations définies aux alinéas 6.1.1 et 6.1.2 qui lui est applicable, suivie de la mention "au \_\_\_\_" et l'on inscrira dans l'espace blanc prévu à cet effet les noms communs ou usuels des épices ou des denrées alimentaires naturelles utilisées, par ordre d'importance selon le poids.

6.1.4 La teneur en matière grasse laitière doit être déclarée en matière grasse dans l'extrait sec en multiples de 5% (le chiffre indiqué étant le multiple de 5% immédiatement inférieur par rapport à la proportion réelle) et/ou en pourcentage par masse. Les fromages fondus ou les fromages fondus pour tartine portant le nom d'une seule variété de fromage visée par une norme internationale individuelle sont exemptés de la déclaration de la teneur en matière grasse.

## 6.2 Liste des ingrédients

La liste complète des ingrédients doit figurer sur l'étiquette par ordre décroissant selon leur proportion, conformément au par. 3.2(c) de la Norme générale pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées (doc. CAC/RS 1-1969).

## 6.3 Contenu net

Le contenu net, sauf dans le cas des portions individuelles qui ne sont pas destinées à être vendues séparément, doit être déclaré en poids soit d'après les unités du système métrique ("Système international"), soit d'après les unités du système avoirdupois, soit d'après ces deux systèmes, selon les usages du pays dans lequel le produit est vendu.

## 6.4 Nom et adresse

Le nom et l'adresse du fabricant, de l'emballleur, du distributeur, de l'importateur, de l'exportateur ou du vendeur du produit doivent être déclarés, sauf dans le cas des portions individuelles qui ne sont pas destinées à être vendues séparément, auquel cas cette déclaration pourra être remplacée par une marque commerciale ou toute autre indication permettant d'identifier le fabricant, l'importateur ou le vendeur.

## 6.5 Pays de fabrication

Le nom du pays producteur doit être déclaré (dans le cas des produits destinés à l'exportation uniquement).

## 6.6 Datage

La date de durabilité minimale doit être clairement indiquée.

## 6.7 Identification des lots

Chaque récipient doit porter une marque indélébile, en code ou en clair, permettant d'identifier l'usine de production et le lot.

## 7. METHODES D'ECHANTILLONNAGE ET D'ANALYSE

7.1 Echantillonnage: conformément aux dispositions de la Norme FAO/OMS No. B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers", paragraphes 2 et 7.

7.2 Teneur en matière grasse: conformément aux dispositions de la Norme FAO/OMS No. B-3 "Détermination de la teneur en matière grasse du fromage et des fromages fondus".

7.3 Teneur en phosphore: conformément aux dispositions de la Norme FAO/OMS No. B-12 "Détermination de la teneur en phosphore du fromage et des fromages fondus".

7.4 Teneur en acide citrique: conformément aux dispositions de la Norme FAO/OMS No. B-13 "Détermination de la teneur en acide citrique des fromages et des fromages fondus".

7.5 Teneur en extrait sec: en préparation.

Soumise aux gouvernements pour acceptation

NORME GENERALE RECOMMANDEE POUR LE "FROMAGE FONDU" ET LE  
"FROMAGE FONDU POUR TARTINE"

1. DEFINITION

Le "fromage fondu" et le "fromage fondu pour tartine" sont obtenus par broyage, mélange, fonte et émulsification, sous l'action de la chaleur et d'agents émulsifiants, d'une ou plusieurs variétés de fromage, avec ou sans adjonction de constituants laitiers et/ou d'autres denrées alimentaires conformément aux dispositions du paragraphe 2.

2. INGREDIENTS FACULTATIFS

2.1 On pourra ajouter de la crème, du beurre et de la graisse butyrique.

2.2 D'autres produits laitiers peuvent être ajoutés, sous réserve que la teneur maximum en lactose du produit fini ne dépasse pas 5%.

2.3 Sel (chlorure de sodium).

2.4 Vinaigre.

2.5 Epices et autres condiments végétaux en quantités suffisantes pour caractériser le produit.

2.6 Afin d'aromatiser le produit, des denrées alimentaires, autres que des sucres, bien cuites ou ayant subi une autre préparation appropriée peuvent être ajoutées en quantités suffisantes pour caractériser le produit, à condition que ces adjonctions, calculées sur l'extrait sec, ne dépassent pas un sixième en poids de l'extrait sec total du produit fini.

2.7 Cultures de bactéries et d'enzymes inoffensives.

3. ADDITIFS ALIMENTAIRES

3.1 Emulsifiants

Sels de sodium, de sodium-aluminium, de potassium et de calcium des acides mono-, di et polyphosphoriques  
Sels de sodium, de potassium et de calcium de l'acide citrique  
Acide citrique et/ou acide phosphorique avec du bicarbonate de sodium et/ou du carbonate de calcium

3.2 Acidifiants/agents de contrôle du pH

Acide citrique  
Acide phosphorique  
Acide lactique  
Acide acétique  
Bicarbonate de sodium et/ou carbonate de calcium

Concentration maximale dans le produit fini

40 g/kg, seuls ou en combinaison, calculés en substances anhydres; toutefois, la proportion de composés phosphorés d'ajout ne doit pas dépasser 9 g/kg, calculés en phosphore

### 3.3 Colorants

Rocou <sup>1</sup>  
Bêta-carotène  
Chlorophylle, y compris la chlorophylle  
cuprique (Colour Index No. 75810)  
Riboflavine  
Oléorésine de paprika  
Curcumine <sup>1</sup>

Limitée par les bonnes  
pratiques de fabrication (BPF)

### 3.4 Agents de conservation

3.4.1 Soit l'acide sorbique et ses sels de sodium et  
de potassium soit l'acide propionique et ses sels de  
sodium et de calcium

3000 mg/kg seuls ou en  
combinaison, exprimée en )  
acides

3.4.2 Nisine

12,5 mg de nisine pure par kg.

<sup>1</sup> Confirmation provisoire par le Comité du Codex sur les Additifs Alimentaires.

## 4. TRAITEMENT THERMIQUE

Au cours de leur fabrication, les produits conformes à la définition de la présente norme doivent être chauffés dans la masse à une température de 70°C maintenue pendant 30 secondes; on pourra adopter toute autre combinaison équivalente ou supérieure de durée et de température.

## 5. COMPOSITION ET DENOMINATION

5.1 Les produits conformes aux dispositions de la présente norme ne doivent pas être désignés par le nom d'une variété de fromage en liaison avec les appellations "Fromage fondu" ou "fromage fondu pour tartine", mais mention peut être faite sur l'étiquette du nom d'une variété de fromage qui confère au produit une saveur caractéristique (par exemple fromage fondu à (à la) au(x) \_\_\_\_\_).

5.2 Le "fromage fondu" et le "fromage fondu pour tartine" doivent avoir une teneur minimale en extrait sec correspondant à la teneur minimale déclarée en matière grasse laitière dans l'extrait sec conformément au tableau ci-après:

<u>Matière grasse laitière dans l'extrait sec (pourcentage)</u>	<u>Extrait sec Fromage fondu (pourcentage minimum)</u>	<u>Extrait sec Fromage fondu pour tartine (pourcentage minimum)</u>
65	53	45
60	52	44
55	51	44
50	50	43
45	48	41
40	46	39
35	44	36
30	42	33
25	40	31
20	38	29
15	37	29
10	36	29
moins, de 10	34	29

## 6. ETIQUETAGE

Les dispositions d'étiquetage ci-après sont sujettes à confirmation par le Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires. Outre les sections 1, 2, 4 et 6 de la Norme générale pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées (document No. CAC/RS 1-1969), les dispositions spécifiques suivantes sont applicables:

### 6.1 Nom du produit

6.1.1 Le produit doit être désigné par le nom "fromage fondu" ou "fromage fondu pour tartine", selon le cas.

6.1.2 Dans le cas du "fromage fondu" ou du "fromage fondu pour tartine" contenant des épices ou des denrées alimentaires naturelles, conformément aux dispositions des alinéas 2.4 et 2.5 le produit considéré doit porter celle des appellations ci-dessus qui lui est applicable, suivie de la mention "à/à la/au/aux \_\_\_\_\_", et l'on inscrira dans l'espace blanc prévu à cet effet les noms communs ou usuels des épices ou denrées alimentaires naturelles utilisées, par ordre d'importance selon le poids.

6.1.3 La teneur en matière grasse laitière doit être déclarée en matière grasse dans l'extrait sec en multiples de 5% (le chiffre indiqué étant le multiple de 5% inférieur par rapport à la proportion réelle) et/ou en pourcentage par masse.

### 6.2 Liste des ingrédients

La liste complète des ingrédients doit figurer sur l'étiquette par ordre décroissant selon leur proportion, conformément au par. 3.2(c) de la Norme générale pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées (doc. CAC/RS 1-1969).

### 6.3 Contenu net

Le contenu net, sauf dans le cas des portions individuelles qui ne sont pas destinées à être vendues séparément, doit être déclaré en poids soit d'après les unités du système métrique ("Système international"), soit d'après les unités du système avoirdupois, soit d'après ces deux systèmes, selon les usages du pays dans lequel le produit est vendu.

### 6.4 Nom et adresse

Le nom et l'adresse du fabricant, de l'emballer, du distributeur, de l'importateur, de l'exportateur ou du vendeur du produit doivent être déclarés, sauf dans le cas des portions individuelles qui ne-sont pas destinées à-être vendues séparément, auquel cas cette déclaration pourra être remplacée par une marque commerciale ou toute autre indication permettant d'identifier le fabricant, l'importateur ou le vendeur.

### 6.5 Pays de fabrication

Le nom du pays producteur doit être déclaré (dans le cas des produits destinés à l'exportation uniquement).

### 6.6 Datage

La date de durabilité minimale doit être clairement indiquée.

### 6.7 Identification des lots

Chaque récipient doit porter une marque indélébile, en code ou en clair, permettant d'identifier l'usine de production et le lot.

## 7. METHODES D'ECHANTILLONNAGE ET D'ANALYSE

7.1 Echantillonnage: conformément aux dispositions de la Norme FAO/OMS No. B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers", paragraphes 2 et 7.

7.2 Teneur en matière grasse: conformément aux dispositions de la Norme FAO/OMS No. B-3 "Détermination de la teneur en matière grasse du fromage et des fromages fondus".

7.3 Teneur en phosphore: conformément aux dispositions de la Norme FAO/OMS No. B-12 "Détermination de la teneur en phosphore du fromage et des fromages fondus".

7.4 Teneur en acide citrique: conformément aux dispositions de la Norme FAO/OMS No. B-1 3 "Détermination de la teneur en acide citrique des fromages et des fromages fondus".

7.5 Teneur en extrait sec: en préparation.

Soumise aux gouvernements pour acceptation

NORME GENERALE RECOMMANDEE POUR LES PREPARATIONS A BASE DE FROMAGE FONDU (PROCESS(ED) CHEESE FOOD AND PROCESS(ED) CHEESE SPREAD)

1. DEFINITION

Les préparations à base de fromage fondu sont obtenues par broyage, mélange, fonte et émulsification, sous l'action de la chaleur et d'agents émulsifiants, d'une ou plusieurs variétés de fromage avec l'un ou plusieurs des ingrédients ou additifs énumérés aux paragraphes 2 et 3 ci-dessous.

2. INGREDIENTS

2.1 On pourra ajouter de la crème, du beurre, de la graisse butyrique et d'autres produits laitiers.

2.2 Sel (chlorure de sodium)

2.3 Epices et autres condiments végétaux en quantités suffisantes pour caractériser le produit.

2.4 Vinaigre.

2.5 Afin d'aromatiser le produit, des denrées alimentaires bien cuites ou ayant subi une autre préparation appropriée peuvent être ajoutées en quantités suffisantes pour caractériser le produit, à condition que ces adjonctions, calculées sur l'extrait sec, ne dépassent pas un sixième en poids de l'extrait sec total du produit fini.

2.6 Sucres (tout hydrate de carbone édulcorant).

2.7 Cultures de bactéries et d'enzymes inoffensives,

3. ADDITIFS ALIMENTAIRES

3.1 Emulsifiants

Sels de sodium, de sodium-aluminium, de potassium et de calcium des acides mono-, di et polyphosphoriques  
Sels de sodium, de potassium et de calcium de l'acide citrique  
Acide citrique et/ou acide phosphorique avec du bicarbonate de sodium et/ou du carbonate de calcium

3.2 Acidifiants/agents de contrôle du pH

Acide citrique  
Acide phosphorique  
Acide lactique  
Acide acétique  
Bicarbonate de sodium et/ou carbonate de calcium

Concentration maximale dans le produit fini

40 g/kg, seuls ou en combinaison, calculés en substances anhydres; toutefois, la proportion de composés phosphorés d'ajout ne doit pas dépasser 9 g/kg, calculés en phosphore

<p>3.3 <u>Colorants</u></p> <p>Rocou <sup>1</sup>  Bêta-carotène  Chlorophylle, y compris la chlorophylle cuprique (Colour Index No. 75810)  Riboflavine  Oléorésine de paprika  Curcumine <sup>1</sup></p>	<p>Limitée par les bonnes pratiques de fabrication (BPF)</p>
<p>3.4 <u>Agents de conservation</u></p> <p>3.4.1 Soit l'acide sorbique et ses sels de sodium et de potassium soit l'acide propionique et ses sels de sodium et de calcium</p> <p>3.4.2 Nisine</p>	<p>3000 mg/kg seuls ou en combinaison, exprimée en acides</p> <p>12,5 mg de nisine pure par kg.</p>
<p>3.5 <u>Exhausteurs de la saveur</u></p> <p>Glutamate de sodium</p>	<p>Limitée par les BPF</p>
<p>3.6 <u>Autres additifs</u></p> <p>Gomme arabique <sup>2</sup>.  Gomme de caroube <sup>2</sup>  Gomme Karaya <sup>2</sup>  Gomme guar <sup>1</sup>  Gomme d'avoine <sup>2</sup>  Agar-agar  Carragénine  Carboxyméthylcellulose de sodium (gomme de cellulose) Sels de sodium, de potassium, de calcium, et d'ammonium de l'acide alginique  Ester de propylène glycol de l'acide alginique <sup>1</sup>  Pectine  Gélatine</p>	<p>8 g/kg, seuls ou en combinaison</p>

<sup>1</sup> Confirmation provisoire par le Comité du Codex sur les additifs alimentaires.

<sup>2</sup> Sous réserve de confirmation par le Comité du Codex sur les additifs alimentaires.

#### 4. TRAITEMENT THERMIQUE

Au cours de leur fabrication, les produits conformes à la définition de la présente norme doivent être chauffés dans la masse à une température de 70°C maintenue pendant 30 secondes; on pourra adopter toute autre combinaison équivalente ou supérieure de durée et de température.

#### 5. COMPOSITION ET DENOMINATION

5.1 Les produits conformes aux dispositions de la présente norme ne doivent pas être désignés par le nom d'une variété de fromage en liaison avec l'appellation "Préparation à base de fromage fondu" (process(ed) cheese food and process(ed) cheese spread), mais le nom d'une variété de fromage peut figurer sur l'étiquette à proximité immédiate des déclarations d'étiquetage exigées au paragraphe 6.2.

5.2 Les préparations à base de fromage fondu (Process(ed) cheese food and Process(ed) cheese spread) doivent avoir une teneur minimale en extrait sec

correspondant à la teneur minimale déclarée en matière grasse laitière dans l'extrait sec, conformément au tableau ci-après:

<u>Matière grasse laitière</u> <u>dans l'extrait sec</u> <u>(pourcentage)</u>	<u>Extrait sec</u> <u>(pourcentage minimum)</u>
65	45
60	44
55	44
50	43
45	41
40	39
35	36
30	33
25	31
20	29
15	29
10	29
moins de 10	29

Au moins 51% de l'extrait sec du produit fini doit provenir de fromage.

## 6. ETIQUETAGE

Les dispositions d'étiquetage ci-après sont sujettes à confirmation par le Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires. Outre les sections 1, 2, 4. et 6 de la Norme générale pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées (document No. CAC/RS 1-1969), les dispositions spécifiques suivantes sont applicables;

### 6.1 Nom du produit

6.1.1 Le nom du produit doit être "Préparation à base de fromage fondu", ou bien "process(ed) cheese food" and "process(ed) cheese spread" lorsque la législation nationale établit une distinction entre ces deux dénominations.

6.1.2 Dans le cas où les produits contiennent des épices ou des denrées alimentaires naturelles, conformément aux dispositions des alinéas 2.3 et 2.4, les produits considérés devront porter celle des appellations ci-dessus qui leur est applicable, suivie de la mention "à/à la/au/aux \_\_\_\_\_", et l'on inscrira dans l'espace blanc prévu à cet effet les noms communs ou usuels des épices ou denrées alimentaires naturelles utilisées, par ordre d'importance selon le poids.

6.1.3 La teneur en matière grasse laitière doit être déclarée en matière grasse dans l'extrait sec en multiples de 5% (le chiffre indiqué étant le multiple de 5% inférieur par rapport à la proportion réelle) et/ou en pourcentage par masse.

### 6.2 Liste des ingrédients

La liste complète des-ingrédients doit figurer sur l'étiquette par ordre décroissant selon leur proportion, conformément au par. 3.2(c) de la Norme générale pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées (doc. CAC/RS 1-1969).

### 6.3 Contenu net

Le contenu net, sauf dans le cas des portions individuelles qui ne sont pas destinées à être vendues séparément, doit être déclaré en poids soit d'après les unités du système

métrique ("Système international"), soit d'après les unités du système avoirdupois, soit d'après ces deux systèmes, selon les usages du pays dans lequel le produit est vendu.

#### 6.4 Nom et adresse

Le nom et l'adresse du fabricant, de l'emballleur, du distributeur, de l'importateur de l'exportateur ou du vendeur du produit doivent être déclarés, sauf dans le cas des portions individuelles qui ne sont pas destinées à être vendues séparément, auquel cas cette déclaration pourra être remplacée par une marque commerciale ou toute autre indication permettant d'identifier le fabricant, l'importateur ou le vendeur.

#### 6.5 Pays de fabrication

Le nom du pays producteur doit être déclaré (dans le cas des produits destinés à l'exportation uniquement).

#### 6.6 Datage

La date de durabilité minimale doit être clairement indiquée.

#### 6.7 Identification des lots

Chaque récipient doit porter une marque indélébile, en code ou en clair, permettant d'identifier l'usine de production et le lot.

### 7. METHODES D'ECHANTILLONNAGE ET D'ANALYSE

7.1 Echantillonnage: conformément aux dispositions de la Norme PAO/OMS No. B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers", paragraphes 2 et 7.

7.2 Teneur en matière grasse: conformément aux dispositions de la Norme FAO/OMS No. B-3 "Détermination de la teneur en matière grasse du fromage et des fromages fondus".

7.3 Teneur en phosphore: conformément aux dispositions de la Norme FAO/OMS No. B-12 "Détermination de la teneur en phosphore du fromage et des fromages fondus".

7.4 Teneur en acide citrique: conformément aux dispositions de la Norme FAO/OMS No. B-13 "Détermination de la teneur en acide citrique des fromages et des fromages fondus".

7.5 Teneur en extrait sec: en préparation.

NORME INTERNATIONALE POUR LE FROMAGE A PATE EXTRA-DURE A RAPER

1. DESIGNATION DU FROMAGE

Fromage à pâte extra-dure à râper.

2. PAYS DEPOSANT

Etats-Unis d'Amérique.

3. MATIERES PREMIERES

3.1 Lait utilisé: lait de vache, lait de chèvre ou lait de brebis et mélanges de tels laits.

3.2 Additions autorisées:

3.2.1 Additions nécessaires:

- cultures de bactéries lactiques inoffensives (levain)
- présure ou autres enzymes coagulantes appropriées
- chlorure de sodium

3.2.2 Additions facultatives:

- chlorure de calcium, max. 200 mg/anhydre/kg du lait utilisé
- bactéries aromatisantes inoffensives
- enzymes inoffensives favorisant la formation de la saveur (la proportion de matière sèche de la préparation ne doit pas dépasser 0,1% du poids du lait utilisé)
- Chlorophylles, y compris la chlorophylle cuprique (Colour Index, No. 75810)
- acide sorbique ou ses sels de sodium ou de potassium, max. 1000 mg/kg calculés en acide sorbique dans le produit fini.

4. PRINCIPALES CARACTERISTIQUES DU FROMAGE PRET A LA CONSOMMATION

4.1 Type:

4.1.1 Consistance: pâte extra-dure, se prêtant au râpage

4.1.2 Durée de l'affinage: au minimum 6 mois

4.2 Forme: variable

4.3 Dimensions et poids:

4.3.1 Dimensions: variables

4.3.2 Poids: variable

4.4 Croûte, le cas échéant:

4.4.1 Consistance: extra-dure

4.4.2 Aspect: sèche; peut être enrobée d'huile végétale, de cire ou de matières plastiques convenant pour les usages alimentaires

4.4.3 Couleur: ambre

- 4.5 Pâte:
  - 4.5.1 Texture: granuleuse, légèrement friable
  - 4.5.2 Couleur: naturellement non colorée ou crème pâle
- 4.6 Trous (lorsque les trous constituent une caractéristique typique de la variété)
  - 4.6.1 Nombre peu élevé
  - 4.6.2 Forme: petits et ronds
  - 4.6.3 Dimensions: environ 1-2 mm
  - 4.6.4 Aspect: caractéristique des trous dûs à la formation de gaz
- 4.7 Teneur minimale en matière grasse: 32% dans l'extrait sec
- 4.8 Teneur maximale en eau: 36%
- 4.9 Brève description: fromage à pâte extra dure, sèche, légèrement friable, se prêtant au râpage.

## 5. METHODE DE FABRICATION

5.1 Méthode de coagulations présure ou autre enzyme coagulante appropriée; éventuellement, addition de levain lactique.

5.2 Traitement thermique:

Le lait peut être soit cru, soit pasteurisé à une température non inférieure à 72°C (161°F) pendant 15 secondes.

5.3 Procédé de fermentation: fermentation lactique ou emploi d'autres cultures et enzymes aromatisantes.

5.4 Procédé de maturation: après avoir versé le caillé - qui peut être légèrement salé - dans les moules, le fromage peut être salé à nouveau par saumurage ou par salage à sec ou selon les deux procédés; le conserver pendant au moins 6 mois dans un local frais et bien aéré ou à température contrôlée.

## 6. ECHANTILLONNAGE ET ANALYSE

6.1 Echantillonnage: conformément aux dispositions de la Norme FAO/OMS No. B-1 "Méthodes normalisées de prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers", paragraphe 7 "Prélèvement d'échantillons de fromage".

6.2 Détermination de la teneur en matière grasse: conformément aux dispositions de la norme FAO/OMS No. B-3 "Détermination de la teneur en matière grasse du fromage et des fromages fondus".

6.3 Détermination de la teneur en matière sèche (en cours d'élaboration).

## 7. MARQUAGE ET ETIQUETAGE

7.1 Les fromages conformes à la présente norme peuvent porter la désignation "fromage à pâte extra-dure à râper" ou tout autre nom de variété reconnu dans le pays de consommation. Un nom inventé ou de fantaisie peut cependant être utilisé à condition de ne pas induire le consommateur en erreur et d'être accompagné de la mention "fromage à pâte extra-dure à râper".

7.2 Le produit doit être étiqueté conformément aux dispositions pertinentes de la section 5 de la Norme FAO/OMS No. A-6 "Norme générale pour le fromage".

PROPOSITION DE LA DELEGATION DU DANEMARK

"Décision No. 6

Dans les pays où il n'est pas interdit (est autorisé) de fabriquer et/ou de vendre pour la consommation humaine des produits d'imitation qui, par leur apparence, leurs caractéristiques et l'usage auquel ils sont destinés, sont similaires au lait ou aux produits laitiers normalisés selon le Code de principes et dans lesquels un ou plusieurs ingrédients laitiers sont entièrement ou en partie remplacés par des ingrédients non laitiers, ces produits devront satisfaire à la même exigence quant à la composition qualitative du lait et du produit laitier standardisé, mis à part la nature de l'ingrédient qui est remplacé. Ces produits ne devront pas contenir d'autres additifs que ceux prévus dans les normes relatives au produit laitier, à l'exception des additifs nécessaires au remplacement.

En outre, ces produits devront être produits dans des conditions d'hygiène et se conformer aux normes de qualité hygiénique et, en ce qui concerne les contaminants, aux niveaux maximaux normalement applicables au produit laitier correspondant. Ils devront être étiquetés conformément aux dispositions de l'Article 4 du Code de principes et se conformer par ailleurs à la Norme générale internationale FAO/OMS recommandée pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées et aux sections pertinentes de la norme relative au produit laitier en question."

PROJET DE CODE D'USAGES EN MATIERE D'HYGIENE POUR LE LAIT EN  
POUDRE

Le présent projet a été élaboré par la délégation de l'Australie sur la base de l'avant-projet révisé de code d'usages - Principes généraux d'hygiène alimentaire (ALINORM 78/13A, annexe V).

Pour la commodité du lecteur, les parties des Principes généraux révisés d'hygiène alimentaire qui s'appliquent au présent Code sont reproduites in extenso. Les parties marquées d'un trait dans la marge indiquent les dispositions propres au présent code d'usages en matière d'hygiène.

SECTION I - CHAMP D'APPLICATION

Le présent code d'usages vise les produits laitiers secs tels qu'ils ont été définis. Il recommande les usages généraux en matière d'hygiène et de technologie qu'il convient de respecter dans la manutention (notamment la production, la préparation, la transformation, l'emballage, l'entreposage, le transport et la distribution) des produits laitiers secs destinés à la consommation humaine de façon à garantir des produits laitiers secs sains, surs et salubres.

SECTION II - DEFINITIONS

2. Aux fins du présent Code, les termes ci-après ont la signification suivante:
  - 2.1 Adéquat - suffisant pour répondre à l'objectif du présent Code.
  - 2.2 Nettoyage - élimination des résidus alimentaires, des souillures, de la saleté, de la graisse ou de toute autre matière indésirable.
  - 2.3 Contamination - addition directe ou indirecte au produit de toute matière indésirable ou présence d'une telle matière dans le produit. La contamination comprend l'infestation par des ravageurs.
  - 2.4 Désinfection - réduction du nombre de microorganismes, sans nuire au produit et au moyen d'agents chimiques et/ou de procédés physiques satisfaisants du point de vue hygiénique, jusqu'à l'obtention d'un niveau ne risquant pas d'entraîner une contamination dangereuse du produit.
  - 2.5 Lait en poudre - produits laitiers secs, obtenus par séchage sur cylindres ou par atomisation, ou produits laitiers composés, tels qu'ils sont définis respectivement aux articles 2 et 3 du Code de principes concernant le lait et les produits laitiers, septième édition (CAC/M 1-1973).
  - 2.6 Etablissement - tout bâtiment ou toute zone où les produits laitiers secs sont préparés, transformés, manipulés, emballés ou entreposés et leurs abords, relevant de la même direction.
  - 2.7 Manutention des denrées alimentaires - toute opération concernant la production, la préparation, le traitement, l'emballage, l'entreposage, le transport, la distribution et la vente des aliments.

2.8 Produits laitiers liquides - excepté pour le lait, matières premières qui servent à préparer les produits laitiers secs, notamment produits intermédiaires évaporés ou concentrés utilisés pour préparer des produits laitiers secs.

2.9 Pasteurisation - chauffage:

- i) du lait, du lait écrémé ou du lactosérum à une température minimale de 72 C pendant 15 secondes;
- ii) des produits laitiers qui ont une teneur en matière grasse laitière supérieure à celle du lait et/ou contiennent des édulcorants d'ajout, à une température minimale de 72 C pendant 15 secondes;
- iii) du lait concentré et des produits à base de lait concentré, à une température minimale de 80 C pendant 25 secondes;

ou chauffage selon une combinaison durée/température suffisante pour garantir un degré équivalent de destruction des microorganismes.

2.10 Ravageur - tout animal capable de contaminer directement ou indirectement les aliments.

2.11 Vêtements de protection - vêtements spéciaux servant à empêcher la contamination des produits laitiers secs et que le personnel travaillant dans un établissement porte par-dessus les vêtements usuels; ils comprennent les coiffures et les chaussures.

### SECTION III - SPECIFICATIONS EN MATIERE D'HYGIENE DANS LE PERIMETRE DE PRODUCTION

Le présent Code n'a pas trait aux considérations sanitaires concernant les méthodes de traite.

Pour les spécifications touchant les matières premières, voir la Section VII du présent Code.

### SECTION IV - ETABLISSEMENT; CONCEPTION ET INSTALLATION

4.1 Emplacement

L'établissement devrait être situé dans des zones qui sont exemptes d'odeur désagréable, de fumée, de poussière ou autres éléments contaminants et qui ne sont pas sujettes aux inondations.

4.2 Voies d'accès et cours

Les voies d'accès et les cours desservant l'établissement et situées dans son périmètre ou à proximité immédiate devraient être revêtues d'un matériau dur de manière à être carrossables. Elles devraient être munies d'un système de drainage approprié et pouvoir être nettoyées aisément.

4.3 Bâtiments et installations

4.3.1 Les bâtiments et les installations devraient être construits selon les règles de l'art et maintenus en bon état.

4.3.2 Un espace de travail suffisant devrait être prévu pour permettre le bon déroulement de toutes les opérations,

4.3.3 L'agencement devrait permettre un nettoyage facile et adéquat, et faciliter une bonne surveillance de l'hygiène alimentaire.

4.3.4 Les bâtiments et les installations devraient être conçus de façon à empêcher la pénétration et l'installation de ravageurs, ainsi que l'introduction d'agents de contamination extérieurs tels que fumée, poussière, etc.

4.3.5 Les bâtiments et les installations devraient être conçus de telle manière que les opérations pouvant donner lieu à une contamination croisée se trouvent séparées par des cloisons, des emplacements différents ou tout autre moyen efficace.

4.3.6 Les bâtiments et installations devraient être conçus de manière à garantir l'hygiène des opérations grâce à leur déroulement régulier depuis l'arrivée de la matière première jusqu'à l'obtention du produit fini, et ils devraient assurer des conditions thermiques convenant au traitement et au produit.

4.3.7 Dans les zones de manutention des aliments:

- Les sols, s'il y a lieu, devraient être construits dans des matériaux étanches, non absorbants, lavables, antidérapants et non toxiques; ils ne devraient pas être crevassés et ils devraient être faciles à nettoyer et à désinfecter. Le cas échéant, les sols devraient avoir une inclinaison suffisante pour permettre aux liquides de s'écouler par des orifices munis de siphons.
- Les murs, s'il y a lieu, devraient être construits dans des matériaux étanches, non absorbants, lavables et non toxiques et ils devraient être peints de couleur claire. Jusqu'à une hauteur convenable pour les opérations leur surface devrait être lisse et sans crevasse et ils devraient être faciles à nettoyer et à désinfecter.
- Les plafonds devraient être dessinés, construits et finis de façon à empêcher l'accumulation de saleté et à réduire au minimum la condensation de vapeur, l'apparition de moisissures et l'écaillage; ils devraient être faciles à nettoyer.
- Les fenêtres et autres ouvertures devraient être construites de façon à éviter l'accumulation de saleté et celles qui s'ouvrent vers l'extérieur devraient être munies d'écrans. Ces derniers devraient être facilement amovibles de façon à pouvoir être nettoyés et ils devraient être maintenus en bon état. Les rebords internes des fenêtres, s'il y en a, devraient être inclinés pour empêcher que l'on ne les utilise comme étagères. Dans les locaux où les produits risquent d'être exposés ou bien où il y a des bouches d'air donnant sur les séchoirs et autres équipements, les fenêtres devraient rester fermées lorsque ce matériel est enclenché.
- Les portes devraient avoir une surface lisse et non absorbante et, le cas échéant, elles devraient se fermer automatiquement et être hermétiques.
- Les escaliers, cages d'ascenseurs et dispositifs auxiliaires tels que plates-formes, échelles, gouttières etc. devraient être situés et construits de manière à ne pas entraîner une contamination des aliments. Les gouttières devraient être munies de trappes d'inspection et de nettoyage.

4.3.8 Dans les zones de manutention des aliments, tous les éléments et accessoires situés en hauteur devraient être installés de façon à éviter une contamination directe ou indirecte des aliments et des matières premières par la formation d'eau de condensation pouvant dégoutter dans les produits et ils ne devraient pas entraver les opérations de nettoyage. Ils devraient être isolés, au besoin, et leur agencement et leurs finitions devraient être de nature à empêcher l'accumulation de saleté et à réduire au minimum la formation d'eau de condensation, l'apparition de moisissures et l'écaillage. Ils devraient être faciles à nettoyer.

4.3.9 Les locaux d'habitation, et les toilettes devraient être entièrement séparés des zones de manutention des aliments et ne pas donner directement sur ces dernières.

4.3.10 Le cas échéant, les établissements devraient avoir un dispositif de contrôle de l'accès aux locaux.

4.3.11 Il faudrait éviter l'emploi de matériaux ne pouvant être nettoyés et désinfectés de façon adéquate - tels que le bois - à moins qu'ils ne soient manifestement pas une source de contamination.

4.3.12 Des laboratoires adéquats devraient être prévus.

#### 4.4 Installations sanitaires

##### 4.4.1 Approvisionnement en eau

4.4.1.1 Un ample approvisionnement en eau potable à une pression adéquate et à une température appropriée devrait être assuré, ainsi que des installations adéquates pour son entreposage éventuel et sa distribution, et une protection suffisante contre la contamination et la pollution. Les spécifications de potabilité ne sauraient être inférieures à celles qui figurent dans la dernière édition des "Normes internationales pour l'eau de boisson" (OMS).

4.4.1.2 Un approvisionnement suffisant en eau chaude potable, devrait être assuré en permanence pendant les heures de travail. \*

4.4.1.3 L'eau non potable devrait être acheminée par des canalisations entièrement distinctes, identifiées de préférence par une couleur différente et ne comportant aucun raccordement ni aucune possibilité de reflux avec les conduites d'eau potable. Il ne devrait pas être possible de relier les canalisations transportant l'eau non potable au matériel ou aux appareils de nettoyage et de désinfection utilisés dans la manutention des aliments.

Les installations d'eau non potable devraient être approuvées par l'organisme compétent.

##### 4.4.2 Vapeur

4.4.2.1 Un approvisionnement adéquat en vapeur, ou un autre moyen de chauffage, devrait être assuré afin de garantir le fonctionnement satisfaisant de tout le matériel de traitement thermique, d'évaporation et de séchage au cours de la fabrication de produits laitiers secs, et également de procurer la chaleur nécessaire au nettoyage, à la désinfection et à d'autres opérations.

4.4.2.2 La vapeur utilisée directement en contact avec les aliments ou avec des surfaces entrant en contact avec des aliments ne devrait contenir aucune substance (y compris les composés volatils pour l'eau des chaudières) présentant un risque pour la santé ou susceptible de contaminer le produit.

##### 4.4.3 Réfrigération

Une capacité suffisante de réfrigération devrait être garantie pour refroidir et conserver le lait cru et pasteurisé, ainsi que les produits laitiers liquides, à une température suffisamment basse pour empêcher toute dégradation de la qualité hygiénique du produit. A cet égard, une température maximale de 4 C est jugée souhaitable.

##### 4.4.4 Air

Un approvisionnement suffisant en air devrait être assuré pour le séchage, le

transport, la réfrigération ou le balayage pneumatique du produit. Cet air devrait provenir d'une source exempte d'agents de contamination tels qu'odeur, fumée, poussière ou saleté. Des précautions devraient être prises pour éliminer de l'air l'huile, l'humidité, la saleté ou les odeurs. L'air comprimé en contact avec les produits laitiers ou les surfaces qui touchent les produits devrait également satisfaire à ces dispositions.

#### 4.4.5 Evacuation des effluents et des déchets

Les établissements devraient disposer d'un système efficace d'évacuation des effluents et des déchets, qui devrait être maintenu en permanence en bon état. Toutes les conduites d'évacuation des effluents (y compris les réseaux d'égouts) devraient être suffisamment importantes pour assurer l'évacuation pendant les périodes de pointe et elles devraient être construites de façon à éviter toute contamination des approvisionnements d'eau potable.

#### 4.4.6 Vestiaires et toilettes

Tous les établissements devraient comporter des vestiaires et des toilettes adéquats, convenables et bien situés. Les toilettes devraient être conçues de façon à assurer l'évacuation des matières dans des conditions d'hygiène. Ces endroits devraient être bien éclairés, ventilés et, le cas échéant, chauffés et ils ne devraient pas donner directement sur des zones de manutention des aliments. Des lavabos munis d'eau tiède ou d'eau chaude et d'eau froide, ainsi que d'un produit approprié pour se laver les mains et d'un dispositif hygiénique de séchage, devraient se trouver à proximité immédiate des toilettes. Lorsque des serviettes en papier sont utilisées, un nombre suffisant de distributeurs et de réceptacles devrait se trouver à côté de chaque lavabo. Il est préférable que les robinets ne puissent être manoeuvrés à la main. Des écriteaux devraient enjoindre au personnel de se laver les mains après avoir fait usage des toilettes.

#### 4.4.7 Lavabos dans les zones de traitement

Dans tous les cas où la nature des opérations l'exige, il devrait y avoir des installations adéquates et commodes permettant au personnel de se laver et de se sécher les mains et, au besoin, de les désinfecter. Ces installations devraient être munies d'eau tiède ou d'eau chaude et d'eau froide, ainsi que d'un produit approprié pour le lavage des mains; elles devraient comporter un dispositif convenable de séchage. Lorsque des serviettes en papier sont utilisées, des distributeurs et des réceptacles devraient se trouver en nombre suffisant à côté de chaque lavabo. Les installations devraient être munies de conduites d'évacuation raccordées aux égouts.

#### 4.4.8 Installations de désinfection

Le cas échéant, il faudrait prévoir des installations adéquates pour le nettoyage et la désinfection des outils et du matériel de travail. Ces installations devraient être construites en matériaux résistant à la corrosion et faciles à nettoyer, et elles devraient être suffisamment alimentées en eau chaude et froids.

#### 4.4.9 Eclairage

Un éclairage naturel ou artificiel adéquat n'altérant pas les couleurs devrait être assuré dans tout l'établissement. Selon les cas, l'intensité ne devrait pas être inférieure à:

- 540 lux (50 foot candles) à tous les points d'inspection
- 220 lux (20 foot candles) dans les salles de travail
- 110 lux (10 foot candles) ailleurs

Les ampoules et appareils suspendus au-dessus des denrées alimentaires, quel qu'en soit le stade de préparation, devraient être du type dit de sûreté et protégés de façon à empêcher la contamination des aliments en cas de rupture.

#### 4.4.10 Ventilation

Une ventilation adéquate devrait être prévue pour empêcher l'excès de chaleur, la condensation de vapeur et la poussière ainsi que pour remplacer l'air vicié. Le courant d'air ne devrait jamais aller d'une zone contaminée à une zone propre. Les orifices de ventilation devraient être munis d'un écran ou de tout autre dispositif de protection en un matériau résistant à la corrosion. Les écrans devraient être aisément amovibles en vue de leur nettoyage.

#### 4.4.11 Installations pour l'entreposage et l'évacuation des déchets et des matières non comestibles

Des installations devraient être prévues pour l'entreposage des déchets et des matières non comestibles avant leur évacuation de l'établissement. Ces installations devraient être conçues de façon à empêcher que les ravageurs puissent avoir accès aux déchets ou aux matières non comestibles et à éviter la contamination des aliments, de l'eau potable, du matériel, des locaux ou des voies d'accès.

### 4.5 Matériel et ustensiles

#### 4.5.1 Matériaux

Tout le matériel et les ustensiles utilisés dans les zones de manutention des aliments et pouvant entrer en contact avec ces derniers devraient être fabriqués dans des matériaux ne risquant pas de transmettre aux produits des substances, des odeurs ou des saveurs nocives, non absorbants, résistants à la corrosion et capables de supporter des opérations répétées de nettoyage et de désinfection. Les surfaces devraient être lisses et exemptes de trous et de crevasses. Il faudrait éviter l'emploi de bois et d'autres matériaux difficiles à nettoyer et à désinfecter, à moins qu'un tel emploi ne soit manifestement pas une source de contamination.

#### 4.5.2 Aspects sanitaires des plans, de la construction et de l'aménagement

4.5.2.1 Tout le matériel et les ustensiles devraient être conçus et construits de façon à éviter le manque d'hygiène et à permettre un nettoyage et une désinfection faciles et complets; dans la mesure du possible, ils devraient pouvoir être inspectés à l'oeil nu. L'équipement fixe devrait être installé de façon telle qu'il soit aisément accessible et qu'il puisse être nettoyé à fond. Il faudrait éviter l'emploi de matériaux différents pouvant donner lieu à une corrosion par contact.

Le matériel devrait être conçu de manière à réduire au minimum l'accumulation d'humidité ou de produit sec dans les séchoirs, les conduites, les réservoirs et le matériel d'emballage.

4.5.2.2 Les récipients destinés aux matières non comestibles et aux déchets devraient être étanches, en métal ou tout autre matériau imperméable et facile à nettoyer, et ils devraient être munis de couvercles hermétiques.

4.5.2.3 Les installations de pasteurisation ou de préchauffage du lait et des produits laitiers liquides devraient être munies d'un thermomètre et d'un enregistreur automatique de température, ainsi que d'une vanne de dérivation ou d'un disjoncteur de pompe, ainsi que d'une pompe refoulante ou d'un système d'horlogerie pour garantir l'application d'une combinaison durée/température adéquate aux fins de la pasteurisation.

Le matériel suivant devrait être utilisé avec la vanne de dérivation ou le disjoncteur de pompe:

- i) Un dispositif qui fermera automatiquement l'arrivée de la vapeur dans l'évaporateur lorsque la vanne de dérivation dans la section de préchauffage passe à la position de dérivation.
- ii) Un moyen par lequel l'eau pure ou le condensat peuvent être introduits automatiquement dans la partie de l'évaporateur où se trouve le produit lorsque la vanne de retour dans la section de préchauffage s'enclenche.
- iii) Un dispositif casse-vide incorporé sur les évaporateurs qui sont munis de condenseurs par pulvérisation pour empêcher un retour d'eau dans l'évaporateur en cas d'arrêt accidentel.

4.5.2.4 Les instruments devraient être disposés de manière à indiquer la température du lait: ou des produits laitiers au sortir de la section de chambrage du pasteurisateur ou du préchauffeur.

4.5.2.5 Des dispositifs permettant de retirer facilement des échantillons pour contrôler l'efficacité de la pasteurisation ou du traitement thermique devraient être prévus.

4.5.2.6 Toutes les installations de réfrigération devraient être munies de thermomètres.

#### 4.5.3 Thermomètres

4.5.3.1 Les thermomètres qui sont faits en partie de verre ne devraient pas servir à des opérations où le verre ne doit pas entrer en contact avec le lait ou les produits laitiers.

4.5.3.2 Les thermomètres, les enregistreurs de température et instruments analogues devraient être réglés à l'aide d'un instrument étalon au moment de l'installation et périodiquement à intervalles appropriés afin de garantir leur fonctionnement efficace.

#### 4.5.4 Séchoirs-atomiseurs

4.5.4.1 Les séchoirs devraient être munis de filtres d'entrée d'air. L'air aspiré dans le séchoir devrait satisfaire aux dispositions de la Section 4.4.4. Dans les séchoirs chauffés directement au gaz, des précautions devraient être prises de façon à empêcher la contamination du produit.

4.5.4.2 L'air évacué des séchoirs devrait être traité de manière à éliminer l'extrait sec du lait qui, sinon, risquerait de contaminer les bâtiments et les environs de l'usine.

#### 4.5.5 Identification du matériel

Le matériel et les ustensiles servant aux matières non comestibles ou aux déchets devraient être identifiés et ne pas être utilisés pour les produits comestibles.

### SECTION V - ETABLISSEMENT : PRESCRIPTIONS D'HYGIENE

#### 5.1 Entretien

Les bâtiments, l'équipement, les ustensiles et toutes les autres installations matérielles de l'établissement - y compris les rigoles - devraient être maintenus en bon état et en bon ordre. Dans la mesure du possible, les salles devraient être protégées contre la vapeur, la buée et l'excès d'eau. Les locaux d'entreposage devraient être tenus à l'abri de l'humidité.

Une attention particulière devrait être accordée à l'entretien des toits, des gouttières et du système d'écoulement dans la zone voisine des orifices de sortie des tours, de

séchage afin d'empêcher l'accumulation de poudre de lait et par la, la contamination de la zone.

## 5.2 Nettoyage et désinfection

5.2.1 Le nettoyage et la désinfection devraient satisfaire aux prescriptions du présent Code. Pour de plus ample information à ce sujet, voir Appendice I du Code d'usage recommandé - Principes généraux révisés d'hygiène alimentaire [ALINORM 78/13A, Annexe y].

5.2.2 Afin d'empêcher la contamination des aliments, tout le matériel et les ustensiles devraient être nettoyés aussi souvent que nécessaire et désinfectés chaque fois que les circonstances l'exigent.

Toutes les surfaces en contact avec le produit humide devraient être nettoyées immédiatement après usage. Les surfaces en contact avec le produit sec devraient être nettoyées à sec immédiatement après usage au moyen d'une technique appropriée au matériel en question et elles devraient être lavées aussi souvent que nécessaire pour conserver la qualité du produit fini. Au besoin, le matériel devrait être démonté pour le nettoyage. Les chambres des séchoirs-atomiseurs devraient de préférence être munies de dispositifs de nettoyage automatique.

5.2.3 L'emploi d'éponges en laine d'acier ou en métal pour nettoyer le matériel ou les ustensiles laitiers devrait être interdit.

5.2.4 Le matériel et les tuyauteries qui sont nettoyés sur place devraient d'abord être rincés avec de l'eau à une température de 40° à 45°C, afin d'éliminer les résidus de produit. Les buses de pulvérisation devraient être examinées périodiquement de façon garantir la distribution efficace des produits détergents et désinfectants.

5.2.5 Le matériel et les ustensiles devraient être désinfectés immédiatement avant usage, au moyen de vapeur, d'eau chaude ou de produits chimiques appropriés au matériel en question. Si l'on recourt à des produits chimiques, il faudrait ensuite faire égoutter l'équipement et le rincer avec de l'eau potable propre froide.

5.2.6 Toute personne entrant dans la chambre du séchoir-atomiseur pour des raisons de propreté ou d'entretien devrait porter des vêtements et des chaussures de protection spéciaux et propres.

5.2.7 Les précautions nécessaires devraient être prises pour empêcher la contamination des aliments pendant le nettoyage ou la désinfection des salles, du matériel ou des ustensiles avec de l'eau et des détergents, ou des désinfectants purs ou en solution. Les détergents et les désinfectants devraient convenir à l'usage auquel ils sont destinés et devraient être conformes aux normes d'hygiène publique. Tout résidu laissé par ces substances sur une surface susceptible d'entrer en contact avec les aliments devrait être éliminé par un rinçage à fond avec de l'eau potable avant de commencer le travail.

5.2.8 Immédiatement après l'arrêt du travail quotidien ou à n'importe quel autre moment si les circonstances l'exigent, les sols - y compris les rigoles - les structures auxiliaires et les murs des zones de manutention des aliments devraient être nettoyés à fond.

5.2.9 Les vestiaires et les toilettes devraient être maintenus en permanence en état de propreté.

5.2.10 Les voies d'accès et les cours situées à proximité immédiate des bâtiments et desservant ces derniers devraient être maintenues en état de propreté.

5.2.11 Les détergents et les désinfectants devraient être entreposés dans un local sec dans des récipients munis de couvercles et étiquetés.

### 5.3 Programme de contrôle de l'hygiène

Un programme permanent de nettoyage et de désinfection devrait être prévu pour chaque établissement de façon à garantir que toutes les zones sont convenablement nettoyées et que les zones et le matériel critiques font l'objet d'une attention particulière. La propreté de l'établissement devrait être confiée à un seul responsable, qui devrait être attaché en permanence à l'entreprise et dont les fonctions devraient être distinctes de celles de la production. Ce responsable devrait connaître parfaitement les risques inhérents à la contamination. Tout le personnel affecté au nettoyage de l'établissement devrait être bien formé aux techniques sanitaires.

### 5.4 Entreposage et évacuation des déchets

Les déchets devraient être manipulés de telle manière qu'ils ne puissent contaminer les aliments ou l'eau potable, Il faudrait empêcher qu'ils ne soient accessibles aux ravageurs. Ils devraient être enlevés des zones de manutention des aliments et des autres zones de travail aussi souvent que nécessaire et au moins une fois par jour. Immédiatement après l'évacuation des déchets, les réceptacles utilisés pour leur entreposage ainsi que tout le matériel avec lequel ils ont été en contact devraient être nettoyés et désinfectés. La zone d'entreposage des déchets devrait également être nettoyée et désinfectée.

### 5.5 Exclusion des animaux domestiques

La présence de chiens, chats et autres animaux domestiques devrait être interdite dans les établissements.

### 5.6 Lutte contre les ravageurs

5.6.1 Un programme permanent et efficace de lutte contre les ravageurs devrait être appliqué. Les établissements et leurs abords devraient faire l'objet de contrôles réguliers afin de déceler tout signe d'infestation.

5.6.2 Au cas où des ravageurs pénétraient dans l'établissement, les mesures nécessaires devraient être prises pour les éliminer. Ces mesures, qui comportent un traitement par des agents chimiques, physiques ou biologiques, ne devraient être appliquées que par un personnel parfaitement au courant des risques inhérents à un tel traitement, en particulier des dangers possibles de rétention de résidus dans le produit, ou sous le contrôle direct de ce personnel. Ces mesures devraient être conformes aux recommandations de l'autorité compétente.

5.6.3 Les pesticides ne devraient être utilisés que si d'autres mesures de précaution ne peuvent être employées efficacement. Avant l'application de pesticides, il conviendrait de protéger tous les aliments, le matériel et les Ustensiles contre une éventuelle contamination. Après l'application, le matériel et les ustensiles contaminés devraient être entièrement nettoyés avant d'être réutilisés.

### 5.7 Entreposage des substances dangereuses

5.7.1 Les pesticides ou toute autre substance pouvant représenter un risque pour la santé devraient porter une étiquette mettant en garde contre leur toxicité et indiquant leur mode d'emploi. Ils devraient être entreposés dans des pièces ou des armoires

fermées à clé et réservées exclusivement à cet effet et ils ne devraient être distribués et manipulés que par du personnel autorisé et dûment formé ou par des personnes placées sous le contrôle rigoureux d'un personnel qualifié. Toutes précautions devraient être prises pour éviter la contamination des aliments.

5.7.2 Sauf pour des raisons d'hygiène ou lorsque le traitement l'exige, aucune substance susceptible de contaminer les aliments ne devrait être utilisée ou entreposée dans les zones de manutention des aliments.

#### 5.8 Effets personnels et habits

Les effets personnels et les vêtements ne devraient pas être déposés dans les zones de traitement.

### SECTION VI - HYGIENE DU PERSONNEL ET SPECIFICATIONS SANITAIRES

#### 6.1 Formation en matière d'hygiène

Les directeurs d'établissements devraient organiser à l'intention des personnes chargées de la manutention des aliments une formation permanente concernant les pratiques hygiéniques de manutention des aliments et l'hygiène personnelle, afin qu'elles sachent quelles sont les précautions nécessaires pour éviter la contamination des aliments. Cette formation devrait notamment comprendre les passages pertinents du présent Code.

#### 6.2 Examen médical

Les personnes en contact avec les aliments au cours de leur travail devraient subir un examen médical d'embauche, si l'autorité compétente le juge nécessaire après avis médical, par suite d'une épidémie, en raison de la nature des aliments préparés dans un établissement donné ou à cause des antécédents médicaux du futur employé. Un examen médical devrait également être effectué chaque fois qu'il s'impose pour des raisons cliniques ou épidémiologiques.

#### 6.3 Maladies contagieuses

La direction devrait prendre les mesures nécessaires pour qu'aucune personne reconnue ou soupçonnée d'être atteinte d'une maladie transmissible par les aliments ou porteuse de germes d'une telle maladie ou encore souffrant de blessures infectées, de plaies, d'infections de la peau ou de diarrhée, ne soit autorisée à travailler dans une zone quelconque de manutention des aliments, ou à un poste où il y ait quelque probabilité qu'elle contamine directement ou indirectement les aliments par des organismes pathogènes. Toute personne appartenant à cette catégorie devrait immédiatement en faire part à la direction.

#### 6.4 Blessures

Toute personne qui présente une coupure ou une blessure ne devrait pas continuer à toucher des aliments ou des surfaces en contact avec des aliments tant que la blessure n'est pas entièrement protégée par un pansement imperméable, solidement fixé et de couleur voyante. Un service d'infirmerie devrait être prévu à cet effet.

#### 6.5 Lavage des mains

Toute personne travaillant dans une zone de manutention des aliments devrait se laver les mains souvent et à fond avec du savon ou tout autre détergent et de l'eau chaude courante et potable, pendant qu'elle est en service. Le personnel devrait toujours se laver les mains avant de se mettre au travail, immédiatement après avoir fait usage des

toilettes, après avoir touché du matériel contaminé et chaque fois que nécessaire. Après avoir manipulé des matières susceptibles de transmettre des maladies le personnel devrait immédiatement se laver les mains et les désinfecter. Des écriteaux devraient enjoindre au personnel de se laver les mains. Un contrôle devrait être exercé pour faire respecter cette exigence.

#### 6.6 Propreté personnel

Toute personne affectée à la manutention des aliments devrait observer, pendant les heures de travail, une très grande propreté personnelle et devrait porter en permanence des vêtements protecteurs - y compris coiffures et chaussures - qui devraient pouvoir être lavés ou jetés et devraient être maintenus dans un état de propreté compatible avec la nature du travail effectué. Les tabliers et autres accessoires ne devraient pas être lavés sur place.

#### 6.7 Comportement du personnel

Toute action susceptible de contaminer les aliments - par exemple manger, faire usage de tabac, de chewing-gum ou de cure-dents, mâcher du bétel etc., - ou toute autre pratique non hygiénique telle que cracher, devrait être interdite dans les zones de manutention des aliments.

#### 6.8 Gants

Si des gants sont utilisés pour la manutention des denrées alimentaires, ils devraient satisfaire aux exigences voulues de solidité, de propreté et d'hygiène. Le port de gants ne dispense pas de se laver soigneusement les mains. Les gants devraient être imperméables, sauf lorsque la nature de travaux ne s'y prête pas.

#### 6.9 Visiteurs

Des précautions devraient être prises pour empêcher les personnes qui visitent les zones de manutention des aliments de contaminer ces derniers. Parmi ces précautions, il faut citer notamment l'emploi de vêtements de protection. Les visiteurs devraient respecter les dispositions figurant aux paragraphes 5.8 à 6.8.

#### 6.10 Surveillance

Des surveillants qualifiés devraient être expressément chargés de veiller à ce que l'ensemble du personnel respecte toutes les dispositions énoncées aux paragraphes 5.8 à 6.9 inclusivement.

### SECTION VII-ETABLISSEMENT: PRESCRIPTIONS D'HYGIENE EN MATIERE DETRAITEMENT

#### 7.1 Prescriptions relatives aux matières premières

7.1.1 Tout le lait servant à la fabrication de produits laitiers secs devrait avoir été produit dans des conditions sanitaires conformes aux dispositions de l'autorité compétente.

7.1.2 Il ne faudrait pas accepter de traiter le lait ou le produit laitier liquide s'il n'est pas propre à la consommation humaine et s'il a été contaminé, traité, manutentionné ou additionné de toute substance nocive le rendant impropre à la consommation humaine. Il ne devrait pas être falsifié et sa qualité hygiénique, son odeur et son apparence devraient être bonnes.

7.1.3 Un établissement ne devrait pas accepter de lait ou de produit laitier liquide à moins qu'il ne provienne d'animaux sains. Le lait d'animaux qui ont été traités avec des

antibiotiques et d'autres médicaments devrait être exclu pendant une période assez longue pour empêcher la contamination du lait.

7.1.4 Des tests devraient être effectués sur le lait ou les produits laitiers à leur arrivée de manière à garantir le retrait de la production des matières premières non satisfaisantes.

7.1.5 Au besoin, des essais de laboratoire devraient être faits sur les ingrédients i avant leur utilisation.

7.1.6 Les matières premières et les ingrédients entreposés dans l'établissement devraient être maintenus dans des conditions de nature à empêcher leur détérioration, à les protéger contre la contamination et à réduire au minimum les dégâts. Il devrait y avoir une rotation convenable des stocks de matières premières et d'ingrédients.

## 7.2 Prévention de la contamination croisée

7.2.1 Des mesures efficaces devraient être prises pour empêcher la contamination des produits pasteurisés par contact direct ou indirect avec les matières en cours de [ transformation.

7.2.2 Les personnes qui manipulent le lait cru ou d'autres matières premières ne devraient pas toucher le produit qui a été pasteurisé tant qu'elles ne se sont pas débarrassées des vêtements de protection qui peuvent avoir été contaminés par les matières premières.

7.2.3 S'il existe une possibilité de contamination, le personnel devrait se laver les mains minutieusement entre les opérations de manutention aux différents stades du traitement.

7.2.4. Tout le matériel ayant été en contact avec des matières premières ou des matières contaminées devrait être nettoyé et désinfecté à fond avant d'entrer en contact avec des produits pasteurisés.

7.2.5 Chaque département où un produit laitier sec est préparé, traité ou entreposé ne devrait être utilisé qu'à cet effet ou pour la préparation d'autres produits laitiers secs ou de produits soumis aux mêmes prescriptions d'hygiène. Si le département sert au traitement de produits exigeant des normes d'hygiène moins exigeantes, il faudrait faire en sorte que cela n'entraîne pas la contamination des produits laitiers secs soumis à des spécifications d'hygiène plus strictes.

## 7.3 Emploi de l'eau

"7.3.1 D'une façon générale, seule de l'eau potable correspondant à la définition qui figure dans la dernière édition des "Normes internationales pour l'eau de boisson" OMS) devrait être utilisée pour la manutention des denrées alimentaires.

7.3.2 De l'eau non potable peut être utilisée, avec l'approbation de l'autorité compétente, pour la production de vapeur, la réfrigération, la lutte contre les incendies et toute autre opération non liée aux aliments. Toutefois de l'eau non potable peut être utilisée, sur autorisation expresse de l'autorité compétente, dans certaines zones de manutention des aliments à condition de ne présenter aucun risque pour la santé.

7.3.3 L'eau recyclée à l'intérieur d'un établissement devrait être traitée de façon telle que son emploi ne comporte aucun risque pour la santé. Le traitement devrait faire l'objet d'une surveillance constante. L'eau recyclée n'ayant fait l'objet d'aucun traitement ultérieur peut être utilisée quand son emploi ne présente aucun danger pour la santé et ne risque pas de contaminer les matières premières ou le produit fini. L'eau recyclée

devrait circuler dans des canalisations distinctes facilement identifiables. L'approbation de l'autorité compétente devrait être exigée pour l'application de tout traitement et pour l'emploi d'eau recyclée dans tout processus de transformation des aliments.

#### 7.4 Traitement

7.4.1 Le traitement devrait être supervisé par du personnel techniquement compétent.

7.4.2 Toutes les étapes de la production, y compris l'emballage, devraient être exécutées sans retard inutile et dans des conditions de nature à empêcher toute possibilité de contamination, de détérioration et d'altération ou le développement de microorganismes pathogènes.

7.4.3 Après inspection et contrôle, le lait ou les produits laitiers liquides qui arrivent devraient être traités rapidement, ou si cela n'est pas possible, refroidis à [4 C] ou moins et maintenus à cette température jusqu'au moment du traitement. Le lait en bidon devrait être transvasé sans retard dans des citernes.

7.4.4 Des installations appropriées pour le traitement thermique devraient être prévues. Tout le lait et les produits laitiers liquides devraient être pasteurisés avant d'être concentrés.

7.4.5 Le produit concentré devrait être séché dès que possible afin d'empêcher toute possibilité de contamination, de détérioration ou d'altération due à l'apparition de microorganismes et à la production de toxines entre les opérations.

7.4.6 Le produit concentré à sa sortie de l'évaporateur devrait être introduit directement dans l'appareil de séchage. Si, pour des raisons techniques, cela est impossible, il devrait être emmagasiné dans des conditions (durée et température) de nature à empêcher l'apparition de microorganismes et de toxines pendant l'entreposage. Des bacs tampons d'alimentation jumelés devraient être utilisés alternativement et tous ces bacs devraient être nettoyés et stérilisés au moins toutes les deux heures.

7.4.7 Les produits concentrés peuvent être transportés aux installations de séchage, à condition qu'ils subissent un traitement thermique supplémentaire avant le séchage, à une température minimum de 75°C pendant 15 secondes, ou un traitement thermique assurant un degré équivalent de destruction des microorganismes.

7.4.8 Il convient de reconnaître que le chauffage du produit concentré effectué pour des raisons technologiques peut abaisser le nombre de microorganismes viables mais ne saurait éliminer certaines toxines microbiennes.

7.4.9 Toutes les étapes de la pasteurisation et du traitement thermique devraient être enregistrées en permanence sur diagrammes et ces derniers devraient être datés et conservés pour inspection pendant une période d'au moins un an.

7.4.10 Les produits laitiers secs devraient être retirés d'une manière continue de la tour de séchage et des cylindres. Dès qu'il a été retiré de la tour de séchage, le produit sec devrait être refroidi à une température ne dépassant pas 44 C, sauf dans le cas de l'entreposage intermédiaire dans des réservoirs où la température du produit sec ne doit pas dépasser 40 C et devrait être de préférence ramenée à environ 35 C.

7.4.11 En cas de panne ou d'interruption imprévues de la production perturbant le déroulement normal des opérations, le lot ne devrait pas être offert à la consommation humaine à moins que des précautions particulières ne soient prises pour garantir la qualité hygiénique acceptable du lot. Un traitement supplémentaire, le détournement

vers des utilisations ne concernant pas l'homme ou un nouveau testage peuvent être nécessaires.

7.4.12 Les produits laitiers en poudre récupérés dans l'équipement et qui ne proviennent pas du processus continu normal ne devraient pas être incorporés dans le produit final. Il s'agit notamment de la poudre provenant des collecteurs de poussière et balayée à la main des séchoirs.

## 7.5 Emballage

7.5.1 Tous les matériaux d'emballage devraient être entreposés dans des conditions de propreté et d'hygiène. Ils devraient convenir au type de produit et aux conditions prévues d'entreposage. Ils ne devraient pas transmettre au produit de substances inadmissibles au-delà des limites acceptables par l'autorité compétente. Les matériaux d'emballage devraient offrir des garanties de sécurité et protéger efficacement le produit contre la contamination.

7.5.2 Les récipients ne devraient pas avoir servi à d'autres utilisations pouvant donner lieu à une contamination du produit. Dans la mesure du possible, il faudrait les inspecter immédiatement avant leur utilisation afin de s'assurer qu'ils sont dans un état satisfaisant et, si nécessaire, les nettoyer et/ou les désinfecter; une fois lavés, il faudrait les laisser égoutter complètement avant de les remplir. Seuls les matériaux d'emballage destinés à un emploi immédiat devraient être conservés dans la zone d'emballage ou de remplissage.

7.5.3 Des précautions devraient être prises pour réduire au minimum la poussière et le trop-plein du produit. Les emballages devraient être fermés immédiatement après le remplissage ou le gazage et les parois devraient être brossées ou nettoyées au besoin pour éliminer toute poussière du produit.

7.5.4 L'emballage devrait être effectué dans des conditions excluant toute contamination du produit.

## 7.5.5 Codage des produits

Les produits vendus ou distribués par un établissement de fabrication, de traitement, de conditionnement ou de reconditionnement devraient être codés de façon que l'on puisse identifier les lots et, si nécessaire, isoler ceux d'entre eux ayant été contaminés ou devenus inutilisables de toute autre manière. Des dossiers permettant de retracer l'histoire de chaque lot devraient être conservés pendant une période supérieure à la durée d'entreposage du produit, mais n'excédant pas deux ans, sauf nécessité expresse.

## 7.6 Entreposage et transport du produit fini

7.6.1 Le produit fini devrait être entreposé et transporté dans des conditions de nature à empêcher sa contamination par des microorganismes ou la prolifération de ces derniers et à le protéger contre toute détérioration ou contre les dégâts causés aux récipients.

7.6.2 L'entreposage et les récipients devraient permettre d'empêcher toute absorption d'humidité. Au cours de l'entreposage, le produit devrait faire l'objet d'inspections périodiques de façon à s'assurer que seuls des aliments propres à la consommation humaine seront livrés et que les spécifications relatives aux produits finis sont respectées. Le produit devrait être expédié dans l'ordre de succession des lots.

## 7.7 Echantillonnage et méthodes de contrôle en laboratoire

7.7.1 L'établissement devrait disposer de laboratoires adéquats pour garantir des produits de qualité approuvée et pour effectuer le travail courant de testage nécessaire pour assurer le contrôle continu et efficace des opérations. Des spécifications devraient être prévues pour les matières premières, les ingrédients et les accessoires (emballage, produits chimiques, etc.) et toutes les méthodes de testage et de contrôle de la qualité devraient être suffisamment circonstanciées.

7.7.2 Le laboratoire devrait surveiller continuellement:

- i) Le lait et les produits laitiers liquides à l'arrivée
- ii) Les ingrédients.
- iii) Les étapes du traitement et de la fabrication.
- iv) Le nettoyage et la désinfection des installations.
- v) Les produits finis.
- vi) La qualité de l'eau.
- vii) L'étalonnage des instruments, par exemple jauges, thermomètres, etc.
- viii) Le matériel d'emballage,
- ix) La qualité de l'air.

7.7.3 Le laboratoire devrait être de dimension appropriée, bien construit et bien équipé et avoir un éclairage approprié. Son personnel devrait être qualifié.

7.7.4 Les procédés analytiques devraient de préférence être conformes à des méthodes agréées ou normalisées afin de faciliter l'interprétation des résultats.

7.7.5 Il faudrait veiller à ce que des dispositions soient prises garantissant le contrôle d'hygiène à l'usine des méthodes de fabrication. Ce contrôle devrait comprendre, ainsi que le phosphates sur le lait pasteurisé, et les produits laitiers sur ainsi que le dénombrement des coliformes, le dénombrement des germes aérobies sur plaques, de tests de recherche des salmonelles et des épreuves à la phosphatase sur un échantillon du produit fini, représentant chaque citerne de garde ou chaque lot. La surveillance continue de la qualité microbiologique du concentré est souhaitable, notamment lorsqu'on a accès de l'extérieur au bac tampon du concentré. La recherche des salmonelles ne devrait se faire dans l'établissement même que lorsque les mesures voulues ont été prises pour empêcher la contamination du produit à partir du laboratoire.

7.7.6 Si 7.7.5 n'est pas possible, cinq échantillons au minimum devraient être prélevés sur la production journalière de chaque au minimum devraient être prélevé immédiatement après la mise en marche des opérations, un autre au milieu des opérations et le dernier avant que les installations ne soient fermées pour nettoyage, les deux autres échantillons étant prélevés à des étapes intermédiaires.

7.7.7 Les résultats des examens microbiologiques journaliers devraient être régulièrement contrôlés et en cas de déviation sensible par rapport aux caractéristiques normales du produit, des mesures appropriées, notamment un examen plus détaillé, devraient être prises immédiatement.

7.7.8 Les dossiers des examens microbiologiques devraient être conservés dans chaque installation pendant une période d'un an au minimum. Il serait également

judicieux de conserver les dossiers des examens microbiologiques se rapportant aux diverses méthodes de fabrication. Tous les dossiers devraient être disponibles pour inspection le cas échéant. Il faudrait également prévoir des moyens d'identifier les lots avec échantillons.

7.7.9 Le responsable du programme de contrôle de la qualité devrait avoir des pouvoirs en rapport avec les tâches liées à la planification, à la coordination, à l'exécution, et au maintien du programme de contrôle de la qualité des installations.

## SECTION VIII - SPECIFICATIONS CONCERNANT LES PRODUITS FINIS

### 8.1 Spécifications générales

Des méthodes appropriées d'échantillonnage et d'examen devraient être appliquées afin de déterminer si le produit est conforme aux spécifications ci-après;

- A. Dans la mesure où le permettent les bonnes pratiques de fabrication, le produit devrait être exempt de matières inadmissibles.
- B. Le produit devrait être exempt de microorganismes dans des quantités nocives pour l'homme et il ne devrait contenir aucune substance provenant de microorganismes dans des quantités susceptibles de présenter un risque pour la santé.
- C. Le produit devrait être exempt de polluants chimiques dans des quantités susceptibles de présenter un risque pour la santé.
- D. Le produit devrait satisfaire aux dispositions fixées par la Commission du Codex Alimentarius pour les résidus de pesticides et les additifs alimentaires figurant dans les listes autorisées des normes Codex de produits, ou alors il devrait satisfaire aux dispositions sur les résidus de pesticides et les additifs alimentaires du pays où il sera vendu.

### 8.2 Spécifications microbiologiques (Voir annexe I)

## ANNEXE I

### PROJET DE SPECIFICATIONS MICROBIOLOGIQUES POUR LES PRODUITS LAI TIERS DESHYDRATES

La présente proposition préliminaire de spécifications microbiologiques pour les produits laitiers déshydratés comprend:

- 1) Les plans d'échantillonnage et les critères microbiologiques;
- 2) le nombre d'échantillons primaires à prélever dans un lot;
- 3) les méthodes d'échantillonnage;
- 4) les méthodes de référence pour la recherche, des *Salmonellae* et pour le dénombrement des bactéries aérobies mésophiles et des bactéries coliformes;
- 5) les plans d'échantillonnage et les critères microbiologiques courants.

Note: La présente proposition ne s'applique pas aux produits laitiers déshydratés destinés à être utilisés par les groupes très vulnérables de la population, tels que les nourrissons et enfants en bas âge, les invalides et les personnes âgées. Ces produits sont des aliments diététiques spéciaux et, par conséquent, ils ne relèvent pas du mandat du Comité mixte FAO/OMS d'experts gouvernementaux sur le Code de principes concernant le lait et les produits laitiers.

Un avant-projet de code d'usages en matière d'hygiène pour les aliments destinés aux nourrissons et enfants en bas âge, qui contient des spécifications microbiologiques a. été avancé à l'étape 6 par la Commission du codex Alimentarius à sa douzième session (voir ALINORM 78/13A, Annexe VII).

1. Plans d'échantillonnage et critères microbiologiques<sup>1</sup>

Salmonellae: Il ne doit être décelé de Salmonellae dans aucune des [15] unités-échantillons examinées lorsque le test est effectué conformément à la méthode décrite<sup>2</sup> (n=15, c=0, m=0).

Bactéries aérobies mésophiles: Lorsque le test est effectué conformément à la méthode décrite (n = 5, c = 2, m = 5.0 000, M = 200 000), il ne doit être décelé de bactéries aérobies mésophiles en nombre supérieur à [200 000] par gramme dans aucune des cinq unités-échantillons examinées ni en nombre supérieur à [50 000] par gramme dans trois ou davantage des cinq unités-échantillons examinées.

Bactéries coliformes: Lorsque le test est effectué conformément à la méthode décrite (n = 5, c = 1, m = 10, M = 100), il ne doit être décelé de coliformes en nombre supérieur à [100] par gramme dans aucune des cinq unités-échantillons examinées, ni en nombre supérieur à [10] Par gramme dans deux ou plus des cinq unités-échantillons examinées.

2. Nombre d'échantillons primaires à prélever dans un lot<sup>3</sup>

Prélever [15]<sup>4</sup> échantillons primaires, dont tous seront utilisés pour la recherche des Salmonellae et choisir au hasard cinq de ces échantillons primaires où l'on recherchera également les bactéries aérobies mésophiles et les bactéries coliformes.

<sup>1</sup> Ces plans d'échantillonnage et critères microbiologiques sont destinés à l'utilisation en cas de litige ou pour les recherches. L'examen courant des produits laitiers déshydratés exigera d'ordinaire un testage moins poussé. Voir également section 5.

<sup>2</sup> La méthode décrite requiert des unités-échantillons de 25 grammes.

<sup>3</sup> Un lot est une quantité d'aliments produits dans des conditions identiques, dont tous les emballages doivent porter un numéro de lot propre à identifier la production au cours d'un intervalle de temps particulier et, ordinairement, la production provenant d'une "chaîne" particulière ou autre unité de transformation d'une importance déterminante.

<sup>4</sup> L'échantillonnage de routine exigera des nombres différents d'échantillons primaires: voir section 5.

3. Méthodes d'échantillonnage

Pour tous les produits laitiers déshydratés, prélever des échantillons primaires pesant au moins [200] grammes.

Equipement. Sonde stérile suffisamment longue pour atteindre le fond des conteneurs échantillonner. Conteneurs stériles pour les échantillons, munis de fermetures hermétiques, cuillères stériles, lampes à alcool ou autres brûleurs, coton, tissus propre ou serviette et seau à eau.

Méthodes. Dans le cas d'emballages de petites dimensions, prélever au hasard un emballage non ouvert pour chacun des échantillons primaires requis. Si le poids net de l'emballage est inférieur à 200 grammes, prélever autant d'emballages non ouverts que nécessaire pour constituer des échantillons primaires pesant au moins 200 grammes chacun. Pour les récipients de plus grandes dimensions, tels que boîtes, sacs, etc., retirer la couche supérieure avec la cuillère stérile ou autre instrument stérile, puis, à l'aide d'une sonde stérile, prélever au moins trois portions respectivement au centre, à

mi-chemin entre le centre et la périphérie et à la périphérie. Les transférer aseptiquement dans un récipient stérile. Les échantillons devront être entreposés en un lieu réfrigéré ou frais jusqu'au moment de l'analyse.

#### 4. Méthodes de référence

##### 4.1 Recherche de Salmonellae

Lait entier en poudre, lait écrémé en poudre et produits analogues. La méthode est celle de l'AOAC, à ceci près qu'un échantillon de 25 grammes est dispersé dans 225 ml d'eau<sup>1</sup>. Opérer comme décrit dans AOAC Methods, 12e édition, 1975, 46.013

<sup>1</sup> Il est possible de préparer un échantillon composé avec un certain nombre d'échantillons de 25 g et d'ajouter des quantités proportionnelles de diluant.

##### 4.2 Dénombrement des bactéries aérobies mésophiles

Lait entier en poudre, lait écrémé en poudre, lactosérum en poudre et produits analogues. La méthode est la méthode de référence de la Fédération internationale de laiterie (FIL-IDF 49: 1970).

##### 4.3 Dénombrement des bactéries coliformes

Lait entier en poudre, lait écrémé en poudre, lactosérum en poudre et produits analogues. La méthode est la méthode de référence de la Fédération internationale de laiterie (FIL-IDF 64: 1971).

#### 5. Plans d'échantillonnage et critères microbiologiques courants

Les plans d'échantillonnage et critères microbiologiques courants ci-après sont destinés à être utilisés par les fabricants pour vérifier que les bonnes pratiques de fabrication décrites dans le présent Code ont généralement été observées: voir sections 7.7.5 et 7.7.6 du Code. Au cas où un lot quelconque ne satisferait pas à ces tests de routine, il conviendra de prendre les dispositions recommandées à la section 7.7.7 du présent Code. Les plans d'échantillonnage et limites microbiologiques de la section 1 de la présente annexe conviennent pour les recherches complémentaires.

##### 5.1 Echantillons primaires et méthodes d'échantillonnage

Pour tous les produits laitiers déshydratés visés par le présent Code, on prélèvera 5 échantillons primaires, pesant chacun [200] grammes, dans chaque lot ou dans la production quotidienne. (Voir aussi sections 7.7.5 et 7.7.6 du présent Code). Les échantillons seront prélevés conformément à la section 3 de la présente annexe.

##### 5.2 Méthodes

Les méthodes de référence indiquées à la section 4 de la présente annexe peuvent être utilisées, à ceci près qu'un test modifié est préférable pour déterminer la présence ou l'absence de bactéries coliformes.

##### 5.3 Plans d'échantillonnage et limites microbiologiques

Cinq échantillons primaires égaux prélevés dans le lot devraient être mélangés aseptiquement. L'échantillon composé résultant devrait satisfaire aux limites ci-après:

Salmonellae: il ne devrait pas être trouvé de salmonellae dans [100]grammes de l'échantillon composé lorsque le test est effectué conformément à la méthode décrite.

Bactéries coliformes: Il ne devrait pas être retrouvé de bactéries coliformes dans [0,1 g] de l'échantillon composé lorsque le test est effectué selon une méthode appropriée.

Bactéries aérobies mésophiles; Il ne devrait pas être retrouvé de bactéries aérobies mésophiles dans l'unité-échantillon examinée en nombre supérieur à [50 000] par gramme, lorsque le test est effectué selon la méthode décrite.

CX 5/70 19e. session  
Annexe VII

Collaboration FIL/ISO/AOAC dans le domaine des méthodes d'échantillonnage et d'analyse

1. Les représentants de la FIL, de l'ISO et de l'AOAC se sont réunis à Rome le 10 juin 1978 pour faire le point des progrès accomplis dans la collaboration entre la FIL, l'ISO et l'AOAC, en particulier en rapport avec les normes analytiques pour le Code de principes concernant le lait et les produits laitiers. Etaient présents:

M. R. Demeter (Président)	FIL
M. H Kay	FIL
M. P. Staal	FIL
M. J.B. Roos	ISO
M.S. Boelsma	ISO
Mme M. Tuinstra-Lauwaars	AOAC
M. R.W. Weik <sup>1</sup>	AOAC
M. T.L. Hall <sup>1</sup>	Président, Comité d'experts gouvernementaux
M.K.P. Andersen	Premier Vice-Président, Comité d'experts gouvernementaux
M. F. Winkelmann <sup>1</sup>	FAO
M. W.L. de Haas	FAO
M. G. Vos (Observateur)	CEE

<sup>1</sup> Pendant une partie de la réunion seulement.

2. Normes conjointes FIL/ISO/AOAC soumises à la dix-neuvième session du Comité d'experts gouvernementaux

Soumise au Comité à l'étape c)

2.1 Caséines et Caséinates - lactose

Soumises au Comité à l'étape g) après examen des observations des gouvernements sur les méthodes à l'étape d) (voir MPS 78/12 a)) et préparation des textes révisés:

- 2.2 Caséines et caséinates - Eau
- 2.3 Caséines et caséinates de presure - Cendres
- 2.4 Caséines - Cendres "fixées"
- 2.5 Caséines et caséinates - Protéines
- 2.6 Caséine - Acidité libre

Note - Il est recommandé au Comité de supprimer, à l'alinéa 2.6 de la Norme A.12 les mots ci-après: "extraction à 20 C".

- 2.7 Caséines - pH
- 2.8 Lait et produits laitiers - Lactose en présence d'autres substances réductrices
- 2.9 Lait en poudre - Acidité titrable

Soumises aux gouvernements pour acceptation à l'étape h),

- 2.10 Fromages - Nitrates et nitrites
- 2.11 Graisse de lait anhydre - Indice de peroxyde
- 2.12 Beurre - Eau, extrait sec non gras et matière grasse sur la même prise d'essai

3. Travaux en cours:
- 3.1 Lait et produits laitiers - Eau
  - 3.2 Lait en poudre - Nitrates et Nitrites
  - 3.3 Fromages - Chlorures (méthode potentiométrique)
  - 3.4 Matière grasse du lait - détection des matières grasses étrangères
  - 3.5 Caséines et caséinates - particules-brûlées et matières étrangères
  - 3.6 Produits laitiers - Métaux lourds
  - 3.7 Lait - Protéines (méthode de coloration et fixation)
  - 3.8 Lait et produits laitiers - Matière grasse (Roese-Gottlieb)
  - 3.9 Mycotoxines
  - 3.10 Beurre - Dispersion de l'eau
  - 3.11 Lait - point de congélation
  - 3.12 Lait - Acides gras libres
  - 3.13 Fromages et produits dérivés- Acide sorbique,.
  - 3.14 Lait en poudre - Vitamine A
  - 3.15 Fromages - Phosphore (révision de la Norme B.12)
  - 3.16 Sélection d'échantillons (les observations communiquées par les gouvernements sont en cours d'examen)
  - 3.17 Méthodes d'échantillonnage (révision de la Norme B-1)
  - 3.18 Dénombrement des colonies
  - 3.19 Coliformes
  - 3.20 Psychrotrophes
  - 3.21 Levures et moisissures
  - 3.22 Staphylocoques coagulase-positifs (y compris le test à la thermonucléase")
  - 3.23 Lait et produits laitiers - Résidus de pesticides - L'actuelle Norme FIL 75 sera considérée comme provisoire. Le Groupe conjoint FIL/ISO/AOAC d'experts est en train d'étudier les observations des gouvernements et les faits les plus récents en vue de soumettre un nouveau projet de norme englobant les PCB et les PBB. M. W.L. de Haas (FAO) a attiré l'attention sur le fait que les limites maximales de résidus pour les pesticides liposolubles seront révisées par le Comité du Codex sur les résidus de pesticides et que, dans le cas des produits à faible teneur en matière-grasse, elles seront exprimées sur la base du produit plutôt que sur celle des lipides. La ligne de démarcation entre ces deux groupes de produits s'établira à partir d'une teneur en matière grasse de 8%. Dans le document E-Doc 89/1978., les résultats peuvent être exprimés soit sur la base des lipides, soit sur la base du-produit. Dans le cas des produits à faible teneur en matière grasse (moins de 1%), il est recommandé d'exprimer les résultats sur la base du produit. Le point de vue du Comité Codex précité sera communiqué au Groupe conjoint aux fins d'examen.

Autres questions en cours, d'examen par le Groupe conjoint FIL/ISO/AOAC

(soumises au Comité à titre d'information)

- 4.1 Lait en poudre - Acide lactique/lactates
- 4.2 Lait en poudre - Caractérisation selon le traitement thermique
- 4.3 Identification de la présure et des produits de remplacement de la présure
- 4.4 Répétabilité et reproductibilité
- 4.5 Laits fermentés - Identification et dénombrement des microorganismes caractéristiques
- 4.6 Analyse des glaces de consommation (à la demande du Comité du Codex sur les glaces de consommation )

5. Autres questions

- 5.1 Le Groupe conjoint FIL/ISO/AOAC<sub>p</sub> poursuivra ses travaux indépendamment de tout changement structurel au sein du Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires de la Commission du Codex Alimentarius.
6. La prochaine réunion conjointe aura lieu à l'automne prochain, à l'occasion de la réunion du Comité permanent FIL de la Commission E (20 octobre 1978).

ETAT DES ACCEPTATIONS

(6ème éd. du Code de  
Principes concernant le lait  
et les produits laitiers et  
normes connexes - CX 8/6-  
mai 1968)

NORME A.1 - BEURRE

Les pays ci-après ont notifié leur acceptation de la norme en tant que norme minimale:

Australie	Irlande	Pologne
Belgique	Jordanie	Portugal
Canada	Kenya	Rhodésie
Congo	Koweït	Arabie Saoudite
Kampuchea démocratique	Luxembourg	Afrique du sud
Danemark	Madagascar	Espagne
Equateur	Malawi	Suède
Ethiopie	Malaisie	Suisse
Finlande	Malte	Syrie
France	Pays-Bas	Tanzanie
Rép. féd. d'Allemagne	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Grèce	Niger	Trinité-et-Tobago
Guatemala	Nigéria	Tunisie
Guyane	Norvège	Royaume-Uni
Inde	Pakistan	Viet-Nam
	Panama	Zaïre

NORME A.2 - GRAISSE DE BEURRE

Les pays ci-après ont notifié leur acceptation de la norme en tant que norme minimale:

Belgique	Irlande	Rhodésie
Canada	Italie	Arabie Saoudite
Kampuchea démocratique	Jordanie	Espagne
Danemark	Koweït	Sri Lanka
Equateur	Luxembourg	Suède
Ethiopie	Madagascar	Suisse
Fidji	Malte	Syrie
Finlande	Pays-Bas	Tanzanie
France	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Rép. féd. d'Allemagne	Niger	Togo
Grèce	Nigéria	Trinité-et-Tobago
Guatemala	Norvège	Royaume-Uni
Guyane	Pakistan	Etats-Unis d'Amérique
Inde	Panama	Viet-Nam
	Pologne	Zaïre

### NORME A.3 - LAIT CONCENTRE, LAIT ECREME CONCENTRE

Les pays ci-après ont notifié leur acceptation de la norme en tant que norme minimale:

Belgique	Italie	Rhodésie
Canada	Jordanie	Arabie Saoudite
Congo	Kenya	Afrique du sud
Kampuchea démocratique	Koweït	Espagne
Danemark	Luxembourg	Suède
Equateur	Madagascar	Suisse
Ethiopie	Malaisie	Syrie
Fidji	Malte	Tanzanie
Finlande	Pays-Bas	Thaïlande
France	Nouvelle-Zélande	Trinité-et-Tobago
Rép. féd. d'Allemagne	Niger	Tunisie
Guatemala	Nigéria	Royaume-Uni
Guyane	Norvège	Etats-Unis d'Amérique
Inde	Pologne	Viet-Nam
Irlande	Portugal	Zaïre

### NORME A.4 - LAIT CONCENTRE SUCRE, LAIT ECREME CONCENTRE SUCRE

Les pays ci-après ont notifié leur acceptation de la norme en tant que norme minimale:

Belgique	Italie	Pologne
Canada	Jamaïque	Portugal
Congo	Jordanie	Arabie Saoudite
Kampuchea démocratique	Kenya	Afrique du sud
Danemark	Koweït	Espagne
Equateur	Luxembourg	Suède
Ethiopie	Madagascar	Suisse
Fidji	Malaisie	Syrie
Finlande	Malte	Tanzanie
France	Pays-Bas	Thaïlande
Rép. féd. d'Allemagne	Nouvelle-Zélande	Trinité-et-Tobago
Guatemala	Niger	Tunisie
Guyane	Nigéria	Royaume-Uni
Inde	Norvège	Etats-Unis d'Amérique
Irlande	Pakistan	Viet-Nam
		Zaïre

### NORME A.5 - LAIT ENTIER EN POUVRE, LAIT PARTIELLEMENT ECREME EN POUVRE ET LAIT ECREME EN POUVRE

Les pays ci-après ont notifié leur acceptation de la norme en tant que norme minimale:

Belgique	Iran	Pakistan
Bolivie	Irak	Philippines
Birmanie	Irlande	Pologne
Cameroun	Italie	Portugal
Canada	Jordanie	Rhodésie
Congo	Kenya	Roumanie
Cuba	Corée	Arabie Saoudite
Chypre	Koweït	Sénégal
Kampuchea démocratique	Lao	Sierra Leone

Danemark	Libéria	Espagne
Equateur	Luxembourg	Suède
El Salvador	Madagascar	Suisse
Ethiopie	Malaisie	Syrie
Fidji	Malte	Tanzanie
Finlande	Maurice	Thaïlande
France	Népal	Togo
Ghana	Pays-Bas	Trinité-et-Tobago
Guatemala	Nouvelle-Zélande	Tunisie
Guyane	Niger	Royaume-Uni
Hong Kong	Nigéria	Etats-Unis d'Amérique
Inde	Norvège	Viet-Nam
		Zaire

#### NORME A.6 - NORME GENERALE POUR LE FROMAGE

Les pays ci-après ont notifié leur acceptation de la norme en tant que norme minimale:

Belgique	Irlande	Rhodésie
Canada	Koweït	Arabie Saoudite
Congo	Luxembourg	Espagne
Kampuchea démocratique	Madagascar	Sri Lanka
Danemark	Malawi	Suède
Equateur	Maurice	Suisse
Finlande	Pays-Bas	Tanzanie
France	Nouvelle-Zélande	Trinité-et-Tobago
Rép. féd. d'Allemagne	Norvège	Royaume-Uni
Guatemala	Philippines	Etats-Unis d'Amérique
Guyane	Pologne	Zaire
Hong Kong	Portugal	

#### NORME A.7 - FROMAGES DE LACTOSERUM

Les pays ci-après ont notifié leur acceptation de la norme en tant que norme minimale:

Belgique	Pays-Bas
Canada	Norvège
Danemark	Pologne
Finlande	Espagne
France	Suède
Rép. féd. d'Allemagne	Suisse
Inde	Trinité-et-Tobago
Irlande	Royaume-Uni
Madagascar	Etats-Unis d'Amérique

PROPOSITION CONJOINTE FIL/ISO/AOAC  
CASEINES ET CASEINATES - DETERMINATION DE LA TENEUR EN LACTOSE -  
METHODE SPECTROPHOTOMETRIQUE

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode spectrophotométrique de détermination de la teneur en lactose des caséines et des caséinates.

2. REFERENCE

Voir Norme FAO/OMS No. B - 1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers."

3. DEFINITION

Teneur en lactose des caséines et des caséinates : La teneur en lactose exprimée en pourcentage en masse, déterminée selon le mode opératoire décrit dans la présente Norme Internationale.

4. PRINCIPE

Dissolution d'une prise d'essai :

- a) dans l'eau chaude dans le cas des caséinates ;
- b) dans l'eau chaude additionnée d'hydrogénocarbonate de sodium dans le cas des caséines acides ;
- c) dans l'eau chaude additionnée de triphosphate pentasodique dans le cas des caséines présures.

Précipitation de la caséine au moyen d'une solution d'acide acétique et d'acétate de sodium.

Filtration, addition d'une solution de phénol et d'acide sulfurique concentré à une partie aliquote du filtrat et mesurage au spectrophotomètre à la longueur d'onde de 490 nm.

5. REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée dans un appareil en verre.

- 5.1 Hydrogénocarbonate de sodium ( $\text{NaHCO}_3$ ).
- 5.2 Triphosphate pentasodique ( $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ ).
- 5.3 Acide chlorhydrique ou acide sulfurique, solution 0,1 N.
- 5.4 Acide acétique, solution à 100 g/l.
- 5.5 Acétate de sodium, solution 1 N.
- 5.6 Phénol, solution à 80 % (m/m).

Chauffer un mélange de 8 g de phénol et de 2 g d'eau, jusqu'à dissolution des cristaux.

- 5.7 Acide sulfurique concentré,  $\rho_{20} = 1,84$  g/ml.

5.8 Lactose monohydraté, solution à 20 g/l.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre dans l'eau 2 g de lactose monohydraté, pesés à 1 mg près. Compléter au trait-repère avec de l'eau et bien mélanger. Conserver la solution à 0 °C.

## 6. APPAREILLAGE

6.1 Balance analytique.

6.2 Bêchers, de 100 et 200 ml.

6.3 Pipettes à un trait, de 1, 2 et 10 ml.

6.4 Micropipettes de 0,2 ml, graduées en 0,001 ml.

6.5 Pipette graduée, de 25 ml.

6.6 Tubes à essais, de 40 ml environ, avec col rodé et bouchon en verre rodé.

6.7 Système automatique permettant de délivrer 5 ml d'acide sulfurique concentré en moins d'1 s.

6.8 Bain d'eau, réglable à une température de 60 à 70 °C.

6.9 Spectrophotomètre.

6.10 Mélangeur approprié au mélange à l'intérieur des tubes à essais (6.6).

6.11 Dispositif de broyage, permettant, si nécessaire (voir 8.1.4), de broyer l'échantillon pour laboratoire sans provoquer d'échauffement excessif ni de perte/d'humidité. Ne pas utiliser un broyeur à marteaux. ou d'absorption

6.12 Tamis de contrôle, à toile métallique, de 200 mm de diamètre, de 500 µm de dimension nominale d'ouverture, muni d'un réceptacle, conforme à l'ISO 565.

## 7. ECHANTILLONNAGE

Voir Norme FAO/OMS No. B - 1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers."

## 8. MODE OPERATOTRE

8.1.1 Bien mélanger l'échantillon pour laboratoire au moyen d'agitations et de retournements répétés du récipient (si-nécessaire après avoir transvasé la totalité de l'échantillon pour laboratoire dans un récipient étanche à l'air, de capacité convenable, en vue de permettre la réalisation de cette opération).

8.1.2 Transvaser environ 50 g de l'échantillon pour laboratoire bien mélangé sur le tamis de contrôle (6.12).

8.1.3 Si cette fraction de 50 g passe complètement ou presque à travers le tamis, utiliser pour la détermination l'échantillon tel qu'il a été préparé en 8.1.1.

8.1.4 Dans le cas contraire, broyer cette fraction de 50 g au moyen du dispositif de broyage (6.11) jusqu'à ce qu'il passe complètement à travers le tamis. Transvaser immédiatement l'échantillon tamisé dans un récipient étanche à l'air, de capacité suffisante, et bien mélanger au moyen d'agitations et de retournements répétés. Au cours de ces opérations, prendre toutes précautions utiles en vue d'éviter une modification de la teneur en eau du produit.

(8.4)

8.1.5 Procéder à la détermination/dès que possible après la préparation de l'échantillon pour essai.

8.2 Essai à blanc

Préparer une solution à blanc en utilisant 25 ml d'eau, le même appareillage, les mêmes réactifs en quantités identiques et le même mode opératoire que celui décrit de 8.4.1 à 8.4.6 inclus.

NOTE. - En vue d'obtenir des résultats plus précis, préparer simultanément la solution à blanc, la solution d'essai et les solutions destinées à tracer la courbe d'étalonnage.

8.3 Prise d'essai

Dans un bécher (6.2), peser, à 1 mg près, environ 1 g de caséine ou de caséinato.

8.4 Détermination

8.4.1 Dans le cas des caséines acides, ajouter  $0,1 \pm 0,001$  g d'hydrogencarbonate de sodium (5.1).

Dans le cas de la caséine présure, ajouter  $0,1 \pm 0,001$  g de triphosphate pentasodique (5.2).

8.4.2 Ajouter 25 ml d'eau et chauffer entre 25 et 30 °C au moyen d'un bain d'eau (6.8), en agitant de temps en temps.

8.4.3 Lorsque la prise d'essai est complètement dissoute, ce qui demande en général entre 15 et 20 min, refroidir, puis ajouter successivement :

- 15 ml d'eau,
- 8 ml de solution d'acide chlorhydrique ou d'acide sulfurique (5.3),
- 1 ml de solution d'acide acétique (5.4)

après chaque addition, agiter le contenu du bécher.

8.4.4 Attendre 5 min, puis ajouter 1 ml de solution d'acétate de sodium (5.5). Agiter.

8.4.5 Laisser se déposer le précipité de caséine. puis filtrer sur un papier filtre sec. Rejeter les premiers millilitres de filtrat.

8.4.6 Introduire dans un tube à essais (6.6) 2 ml du filtrat (8.4.5) prélevés à la pipette ; ajouter 0,2 ml de solution de phénol (5.6) au moyen d'une micropipette (6.4) et mélanger en secouant. Au moyen du système automatique (6.7) ajouter ensuite, en moins d'1 s, 5 ml d'acide sulfurique concentré (5.7), en dirigeant le jet d'acide sur la surface du liquide plutôt que sur les parois du tube à essai, afin d'obtenir un mélange correct. Au moyen du mélangeur (6.10), mélanger immédiatement et laisser reposer 15 min. Refroidir pendant 5 min au moyen d'un bain d'eau à 20 °C. Essuyer le tube à essais et procéder immédiatement à l'étape 8.4.7.

8.4.7 Mesurer l'absorbance de la solution (8.4.6) à 490 nm par rapport à l'essai à blanc (8.2) utilisé comme référence.

8.4.8 Si l'absorbance dépasse la limite supérieure de la courbe d'étalonnage (voir 8.5), recommencer les étapes 8.4.6 et 8.4.7 en utilisant, au lieu de 2 ml du filtrat, 2 ml d'une dilution appropriée de ce filtrat.

NOTE. - Si une dilution est effectuée, la formule donnée en 9.1 doit être modifiée en conséquence.

### 8.5 Courbe d'étalonnage

Introduire, dans une fiole jaugée de 100 ml, 10 ml de solution de lactose mono-hydrate (5.8) prélevés à la pipette et compléter au trait repère avec de l'eau (solution A) ; 1 ml de solution A correspond à 2 mg de lactose monohydraté.

Préparer trois solutions étalons, en introduisant 1, 2 et 3 ml de solution A, prélevés à la pipette, dans trois fioles jaugées de 100 ml, et en complétant au trait repère avec de l'eau.

Les concentrations en lactose monohydraté sont respectivement, pour ces trois solutions étalons, de 20, 40 et 60 µg/ml. Introduire respectivement dans une série de quatre tubes à essais (6.6), 2 ml d'eau et 2 ml de chacune des trois solutions étalons, puis procéder selon 8.4.6 et 8.4.7 en mesurant l'absorbance des trois solutions étalons par rapport à la solution obtenue en effectuant le mode opératoire sur 2 ml d'eau, utilisée comme référence.

Tracer la courbe d'étalonnage donnant les absorbances des solutions étalons en fonction de leurs concentrations en lactose monohydraté, exprimées en microgrammes par millilitre. Tracer la droite la plus appropriée correspondant aux points d'étalonnage.

## 9. EXPRESSION DES RESULTATS

### 9.1 Mode de calcul et formule

Lire sur la courbe d'étalonnage (8.5) la concentration de la solution d'essai en lactose monohydraté.

La teneur en lactose de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse, est égale à :

$$\frac{0,950 \times \frac{c}{10^6} \times 50}{m} \times 100 = 0,00475 \times \frac{c}{m}$$

où :

c est la concentration en lactose monohydraté, en microgrammes par millilitre, dans la solution d'essai,

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.3),

0,950 est le facteur de conversion du lactose monohydraté en lactose anhydre.

### 9.2 Répétabilité

Pour des teneurs en lactose égales ou inférieures à 0,2 % (m/m), la différence entre deux résultats individuels obtenus sur une matière identique soumise à essai, par un analyste utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser 0,03 g de lactose pour 100 g de produit en moyenne plus d'une fois sur 20 lors de l'application normale et correcte de la méthode.

### 9.3 Reproductibilité

Pour des teneurs en lactose égales ou inférieures à 0,2 % (m/m), la différence entre deux résultats individuels et indépendants, obtenus par deux opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur une matière identique soumise à essai, ne doit pas

dépasser 0,04 g de lactose pour 100 g de produit en moyenne plus d'une fois sur 20 lors de l'application normale et correcte de la méthode.

#### 10. PROCES-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

Soumise au Comité pour approbation  
PROPOSITION CONJOINTE FIL/ISO/AOAC

**Caséines et caséinates - Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence)**

**1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de la teneur en eau de tous les types de caséines et de caséinates.

**2 RÉFÉRENCES**

Voir Norme FAO/OMS No. B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers."

ISO 3310/1, Tamis de contrôle - Exigences techniques et vérifications - Partie I : Toiles métalliques.

**3 DÉFINITION**

**teneur en eau des caséines** : Perte de masse déterminée selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale et exprimée en pourcentage en masse.

**4 PRINCIPE**

Séchage d'une prise d'essai à  $102 \pm 1^\circ\text{C}$  et pesée pour déterminer la perte de masse.

**5 APPAREILLAGE**

**5.1 Balance analytique.**

**5.2 Étuve à dessiccation**, bien ventilée, réglable à  $102 \pm 1^\circ\text{C}$ .

**5.3 Capsule à fond plat**, en matériau inattaquable dans les conditions de l'essai, (par exemple capsule en verre avec couvercle en verre rodé, ou capsule en aluminium ou en acier inoxydable pourvue d'un couvercle étanche aisément amovible), d'au moins 50 mm de diamètre (de préférence 75 mm) et d'au moins 25 mm de profondeur.

**5.4 Dessiccateur**, garni d'un agent déshydratant efficace. Si le gel de silice est utilisé, il doit être remplacé chaque jour,

**5.5 Dispositif de broyage**, permettant, si nécessaire (voir 7.1.4), de broyer l'échantillon pour laboratoire sans provoquer d'échauffement excessif ni de perte ou absorption d'humidité. Ne pas utiliser un broyeur à marteaux.

**5.6 Tamis de contrôle**, à toile métallique, de 200 mm de diamètre, de 500  $\mu\text{m}$  de dimension nominale d'ouverture, muni d'un réceptacle, conforme à l'ISO 3310/1.

**5.7 Dispositif approprié pour la manipulation des capsules**, par exemple pinces de laboratoire.

**6 ÉCHANTILLONNAGE**

Voir Norme FAO/OMS No. B- 1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers."

**7 MODE OPÉRATOIRE**

**7.1 Préparation de l'échantillon pour essai**

**7.1.1** Bien mélanger l'échantillon pour laboratoire au moyen d'agitations et de retournements répétés du récipient (si nécessaire après avoir transvasé la totalité de l'échantillon pour laboratoire dans un récipient étanche à l'air, de capacité convenable, en vue de permettre la réalisation de cette opération).

**7.1.2** Transvaser environ 50 g de l'échantillon pour laboratoire bien mélangé sur le tamis de contrôle (5.6).

**7.1.3** Si cette fraction de 50 g passe complètement ou presque à travers le tamis, utiliser pour la détermination l'échantillon tel qu'il a été préparé en 7.1.1.

**7.1.4** Dans le cas contraire, broyer cette fraction de 50 g au moyen du dispositif de broyage (5.5) jusqu'à ce qu'il passe complètement à travers le tamis. Transvaser immédiatement l'échantillon tamisé dans un récipient étanche à l'air, de capacité suffisante, et bien mélanger au moyen d'agitations et de retournements répétés. Au cours de ces opérations, prendre toutes précautions utiles en vue d'éviter une modification de la teneur en eau du produit.

**7.1.5** Procéder à la détermination (7.4) dès que possible après la préparation de l'échantillon pour essai.

## **7.2 Préparation de la capsule**

**7.2.1** Chauffer la capsule découverte (5.3) et son couvercle dans l'étuve (5.2) réglée à  $102 \pm 1$  °C, durant au moins 1 h.

**7.2.2** Disposer le couvercle sur la capsule, placer le tout dans le dessiccateur (5.4), laisser refroidir à la température de la salle des balances et peser à 0,1 mg près.

## **7.3 Prise d'essai**

Introduire 3 à 5 g de l'échantillon pour essai (7.1) dans la capsule, replacer le couvercle et peser à 0,1 mg près.

## **7.4 Détermination**

**7.4.1** Découvrir la capsule, la placer avec son couvercle dans l'étuve (5.2) et laisser le tout y séjourner 4 h.

**7.4.2** Remettre le couvercle sur la capsule, placer le tout dans le dessiccateur, laisser refroidir à la température de la salle des balances et peser à 0,1 mg près.

**7.4.3** Découvrir la capsule, la placer de nouveau avec son couvercle dans

l'étuve et laisser le tout y séjourner 1 h. Répéter ensuite l'opération 7.4.2.

**7.4.4** Si la masse obtenue en 7.4.3 est inférieure de plus de 1 mg à la masse obtenue en 7.4.2, recommencer l'opération 7.4.3.

S'il y a augmentation de masse, prendre pour le calcul la plus faible masse trouvée.

La durée totale de séchage ne doit pas habituellement dépasser 6 h.

## **8 EXPRESSION DES RÉSULTATS**

### **8.1 Mode de calcul et formule**

La teneur en eau de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse, est égale à :

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la capsule et de son couvercle (7.2.2);

$m_1$  est la masse, en grammes, de la capsule, du couvercle et de la prise d'essai, avant séchage (7.3);

$m_2$  est la masse, en grammes, de la capsule, du couvercle et de la prise d'essai, après séchage (7.4.3. ou 7.4.4).

Calculer la teneur en eau à 0,01 % près.

### **8.2 Répétabilité**

La différence entre deux résultats individuels, obtenus sur un produit identique soumis à essai, par le même analyste utilisant le même appareillage, dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser 0,10 g d'eau pour 100 g de produit tel quel en moyenne plus d'une fois sur 20 dans l'application normale et correcte de la méthode.

## **9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI**

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

Soumise au Comité pour approbation  
PROPOSITION CONJOINTE FIL/ISO/AOAC

**Caséines présure et caséinates - Détermination des cendres (Méthode de référence)**

**1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination des cendres des caséines obtenues par précipitation par action de la présure, et des caséinates, à l'exception des caséines contenant du caséinate d'ammonium.

NOTE - Pour la détermination des cendres («cendres fixes») des caséines acides, des caséinates d'ammonium, de leurs mélanges avec la caséine présure et avec les caséinates, et des caséines de type inconnu, voir ISO 5544.

**2 RÉFÉRENCES**

**Voir Norme FAO/OMS No. B- 1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers."**

ISO 3310/1, Tamis de contrôle - Exigences techniques et vérifications - Partie / ; Toiles métalliques.

ISO 5550, Caséines et caséinates - Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence).<sup>1)</sup>

**3 DÉFINITION**

**cendres des caséines présure et des caséinates** : Substances déterminées selon la méthode décrite dans la présente Norme internationale et exprimées en pourcentage en masse.

**4 PRINCIPE**

Incinération d'une prise d'essai à  $825 \pm 25$  °C. Pesée du résidu obtenu.

**5 APPAREILLAGE.**

**5.1 Balance analytique,**

**5.2 Capsule en silice ou en platine,** d'environ 70 mm de diamètre et de 25 à 50 mm de profondeur.

**5.3 Four électrique, à moufle, à circulation d'air, réglable à  $825 \pm 25$ °C.**

**5.4 Dessiccateur,** garni d'un agent déshydratant efficace. 1 ) Actuellement au stade de projet.

**5.5 Dispositif de broyage,** permettant, si nécessaire (voir 7.1.4), de broyer l'échantillon pour laboratoire sans provoquer d'échauffement excessif ni de perte ou absorption d'humidité. Ne pas utiliser un broyeur à marteaux.

**5.6 Tamis de contrôle,** à toile métallique, de 200 mm de diamètre, de 500 µm de dimension nominale d'ouverture, muni d'un réceptacle, conforme à l'ISO 3310/1.

**6 ÉCHANTILLONNAGE**

Voir Norme FAO/OMS No. B- 1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers."

**7 MODE OPÉRATOIRE**

**7.1 Préparation de l'échantillon pour essai**

**7.1.1** Bien mélanger l'échantillon pour laboratoire au moyen d'agitations et de retournements répétés du récipient (si nécessaire après avoir transvasé la totalité de l'échantillon pour laboratoire dans un récipient étanche à l'air, de capacité convenable, en vue de

permettre la réalisation de cette opération).

**7.1.2** Transvaser environ 50 g de l'échantillon pour laboratoire bien mélangé sur le tamis de contrôle (5.6).

**7.1.3** Si cette fraction de 50 g passe complètement ou presque à travers le tamis, utiliser pour la détermination l'échantillon tel qu'il a été préparé en 7.1.1.

**7.1.4** Dans le cas contraire, broyer cette fraction de 50 g au moyen du dispositif de broyage (5.5) jusqu'à ce qu'il passe complètement à travers le tamis. Transvaser immédiatement l'échantillon tamisé dans un récipient étanche à l'air, de capacité suffisante, et bien mélanger au moyen d'agitations et de retournements répétés. Au cours de ces opérations, prendre toutes précautions utiles en vue d'éviter une modification de la teneur en eau du produit.

**7.1.5** Procéder à la détermination (7.4) dès que possible après la préparation de l'échantillon pour essai.

## **7.2 Préparation de la capsule**

Chauffer la capsule (5.2) dans le four à moufle (5.3) réglé à  $825 \pm 25^\circ\text{C}$ , durant 30 min. La laisser refroidir dans le dessiccateur (5.4) à la température de la salle des balances et la peser à 0,1 mg près.

## **7.3 Prise d'essai**

Peser, à 0,1 mg près, directement ou par différence, dans la capsule ainsi préparée, environ 3 g de l'échantillon pour essai (7.1).

## **7.4 Détermination**

Chauffer la capsule avec son contenu sur une petite flamme jusqu'à carbonisation complète de la prise d'essai, en prenant soin de ne pas la laisser s'enflammer.

Placer la capsule dans le four électrique (5.3) réglé à  $825 \pm 25^\circ\text{C}$ , et chauffer

durant au moins 1 h jusqu'à disparition complète du charbon dans la capsule. Laisser la capsule refroidir dans le dessiccateur (5.4) à la température de la salle des balances et la peser à 0,1 mg près.

Répéter les opérations de chauffage au four électrique (5.3), de refroidissement et de pesée, jusqu'à ce que la masse reste constante à 1 mg près ou commence à augmenter. Noter la masse minimale.

## **8 EXPRESSION DES RÉSULTATS**

### **8.1 Mode de calcul et formule**

**8.1.1** Les cendres de l'échantillon, exprimées en pourcentage en masse, sont égales à

$$\frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, de la capsule et du résidu;

$m_2$  est la masse, en grammes, de la capsule préparée.

Calculer les cendres à 0,01 % près et exprimer le résultat final à 0,1 % près.

**8.1.2** Pour calculer les cendres de l'échantillon en pourcentage en masse par rapport à la matière sèche, multiplier le résultat obtenu selon 8.1.1 par

$$\frac{100}{100 - M}$$

où M est la teneur en eau de l'échantillon, déterminée selon l'ISO5550.

### **8.2 Fidélité**

#### **8.2.1 Répétabilité**

La différence entre deux résultats individuels, obtenus sur un produit identique soumis à essai, par le même

analyste utilisant le même appareillage, dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser 0,15 g de cendres pour 100 g de produit tel quel en moyenne plus d'une fois sur 20 dans l'application normale et correcte de la méthode.

### **8.2.2** Reproductibilité

La différence entre deux résultats individuels et indépendants, obtenus par deux opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un produit identique soumis à essai, ne doit pas dépasser 0,25 g de cendres pour 100 g de produit tel quel en moyenne plus d'une fois sur 20 dans l'application normale et correcte de la méthode.

## **9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI**

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

Soumise au Comité pour approbation  
PROPOSITION CONJOINTE FIL/ISO/AOAC

**Caséines - Détermination des «cendres fixes, (Méthode de référence)**

**1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination des «cendres fixes» des caséines obtenues par précipitation acide ou par fermentation lactique, des caséinates d'ammonium, de leurs mélanges avec la caséine présure et avec des caséinates, et des caséines de type inconnu.

NOTE - Pour la détermination des cendres des caséines présure et des caséinates (à l'exception des caséinates d'ammonium), voir. ISO 5545.

**2 RÉFÉRENCES**

**Voir Norme FAO/OMS No. B- 1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers."**

ISO 3310/1, Tamis de contrôle - Exigences techniques et vérifications - Partie I : Toiles métalliques.

ISO 5550, Caséines et caséinates - Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence).<sup>1)</sup>

1) Actuellement au stade de projet.

**3 DÉFINITION**

**«cendres fixes» des caséines :** Substances déterminées selon la méthode décrite dans la présente Norme internationale et exprimées en pourcentage en masse.

NOTE - La désignation «cendres fixes» est utilisée pour indiquer que le phosphore d'origine organique est retenu dans tes cendres.

**4 PRINCIPE**

Incinération d'une prise d'essai à  $825 \pm 25$  °C, en présence d'acétate de magnésium destiné à fixer la totalité du phosphore d'origine organique. Pesée du résidu obtenu et soustraction de la masse des cendres provenant de l'acétate de magnésium.

**5 RÉACTIF**

Le réactif doit être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

**5.1 Acétate de magnésium tétrahydraté**

[Mg(CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O], solution à 120 g/l.

**6 APPAREILLAGE**

**6.1 Balance analytique.**

**6.2 Pipette à un trait**, de 5 ml de capacité.

**6.3 Capsules en silice ou en platine**, d'environ 70 mm de diamètre et de 25 à 50 mm de profondeur.

**6.4 Etuve**, réglable à  $102 \pm 2$  °C.

**6.5 Four électrique, à moufle**, à circulation d'air, réglable à 825 - 25°C.

**6.6 Bain d'eau bouillante.**

**6.7 Dessiccateur**, garni d'un agent déshydratant efficace.

**6.8 Dispositif de broyage**, permettant, si nécessaire (voir 8.1.4) de broyer l'échantillon pour laboratoire sans provoquer d'échauffement excessif ni de perte ou absorption d'humidité. Ne pas utiliser un broyeur à marteaux.

**6.9 Tamis de contrôle**, à toile métallique, de 200 mm de diamètre, de 500 µm de dimension nominale d'ouverture, muni d'un réceptacle, conforme à l'ISO 3310/1.

## **7 ÉCHANTILLONNAGE**

Voir Norme FAO/OMS No. B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers."

## **8 MODE OPÉRATOIRE**

### **8.1 Préparation de l'échantillon pour essai**

**8.1.1** Bien mélanger l'échantillon pour laboratoire au moyen d'agitations et de retournements répétés du récipient (si nécessaire après avoir transvasé la totalité de l'échantillon pour laboratoire dans un récipient étanche à l'air, de capacité convenable, en vue de permettre la réalisation de cette opération).

**8.1.2** Transvaser environ 50 g de l'échantillon pour laboratoire bien mélangé sur le tamis de contrôle (6.9).

**8.1.3** Si cette fraction de 50 g passe complètement ou presque à travers le tamis, utiliser pour la détermination l'échantillon tel qu'il a été préparé en 8.1.1.

**8.1.4** Dans le cas contraire, broyer cette fraction de 50 g au moyen du dispositif de broyage (6.8) jusqu'à ce qu'il passe complètement à travers le tamis. Transvaser immédiatement l'échantillon tamisé dans un récipient étanche à l'air, de capacité suffisante, et bien mélanger au moyen d'agitations et de retournements répétés. Au cours de ces opérations, prendre toutes précautions utiles en vue d'éviter une modification de la teneur en eau du produit.

**8.1.5** Procéder à la détermination (8.4) dès que possible après la préparation de l'échantillon pour essai.

**8.2 Préparation des capsules**  
**Chauffer deux capsules (6.3) dans le four à moufle (6.5) réglé à  $825 \pm 25^\circ\text{C}$ , durant 30 min. Les laisser refroidir dans le dessiccateur (6.7) à la température de la salle des balances et les peser à 0,1 mg près.**

### **8.3 Prise d'essai**

Peser, à 0,1 mg près, directement ou par différence, dans l'une des capsules ainsi préparées (A), environ 3 g de l'échantillon pour essai (8.1).

### **8.4 Détermination**

Dans la capsule (A), introduire, à l'aide de la pipette (6.2), 5 ml de la solution d'acétate de magnésium (5.1) de manière à humecter complètement la prise d'essai et laisser reposer 20 min.

Dans l'autre capsule préparée (B), introduire, à l'aide de la pipette (6.2), 5 ml de la solution d'acétate de magnésium (5.1).

Evaporer le contenu des deux capsules (A et B) sur le bain d'eau bouillante (6.6) jusqu'à siccité.

Placer les deux capsules dans l'étuve (6.4) réglée à  $102 \pm 2^\circ\text{C}$ , et les y laisser séjourner 30 min.

Chauffer la capsule A avec son contenu sur une petite flamme jusqu'à carbonisation complète de la prise d'essai, en prenant soin de ne pas la laisser s'enflammer.

Placer les deux capsules (A et B) dans le four électrique (6.5) réglé à  $825 \pm 25^\circ\text{C}$ , et chauffer durant au moins 1 h jusqu'à disparition complète du charbon dans la capsule A. Laisser les deux capsules refroidir dans le dessiccateur (6.7) à la température de la salle des balances et les peser à 0,1 mg près.

Répéter les opérations de chauffage au four électrique (6.5), de refroidissement et de pesée jusqu'à ce que la masse reste constante à 1 mg près ou

commence à augmenter. Noter la masse minimale.

## **9 EXPRESSION DES RÉSULTATS**

### **9.1 Mode de calcul et formule**

**9.1.1** Les «cendres fixes» de l'échantillon, phosphore compris, exprimées en pourcentage en masse, sont égales à

$$\frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, de la capsule A et du résidu;

$m_2$  est la masse, en grammes, de la capsule préparée A;

$m_3$  est la masse, en grammes, de la capsule B et du résidu;

$m_4$  est la masse, en grammes, de la capsule préparée B.

Calculer les «cendres fixes» à 0,01 % près et exprimer le résultat final à 0,1 % près.

**9.1.2** Pour calculer les «cendres fixes» de l'échantillon en pourcentage en masse par rapport à la matière sèche, multiplier le résultat obtenu selon 9.1.1 par

$$\frac{100}{100 - M}$$

où M est la teneur en eau de l'échantillon, déterminée selon l'ISO5550.

## **9.2 Fidélité**

### **9.2.1 Répétabilité**

La différence entre deux résultats individuels, obtenus sur un produit identique soumis à essai, par le même analyste utilisant le même appareillage, dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser 0,1 g de «cendres fixes» pour 100 g de produit tel quel en moyenne plus d'une fois sur 20 dans l'application normale et correcte de la méthode.

### **9.2.2 Reproductibilité**

La différence entre deux résultats individuels et indépendants, obtenus par deux opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un produit identique soumis à essai, ne doit pas dépasser 0,2 g de «cendres fixes» pour 100 g de produit tel quel en moyenne plus d'une fois sur 20 dans l'application normale et correcte de la méthode.

## **10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI**

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

Soumise au Comité pour approbation  
PROPOSITION CONJOINTE FIL/ISO/AOAC

**Caséines et caséates - Détermination de Sa teneur en protéines (Méthode de référence)**

**1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de la teneur en protéines de tous les types de caséines et de caséates, à l'exception de ceux contenant du caséinate d'ammonium ou d'autres composés ammoniacaux ou d'autres composés contenant de l'azote non protéique.

**2 RÉFÉRENCES**

Voir norme FAO/OMS No. B- 1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers".

ISO 3310/1, Tamis de contrôle - Exigences techniques et vérifications - Partie I : Toiles métalliques.

ISO 5550, Caséines et caséates - Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence).<sup>1)</sup>

1) Actuellement au stade de projet.

**3 DEFINITION**

**teneur en protéines des caséines et des caséates** : Teneur en azote, déterminée selon la méthode décrite dans la présente Norme internationale, multipliée par 6,38 et exprimée en pourcentage en masse,

**4 PRINCIPE**

Attaque d'une prise d'essai par un mélange formé de sulfate de potassium et d'acide sulfurique, en présence de sulfate de cuivre(ii) comme catalyseur, pour transformer l'azote organique en azote ammoniacal. Distillation et absorption de l'ammoniac dans une solution d'acide borique. Titrage au

moyen d'une solution titrée d'acide chlorhydrique. Multiplication du résultat par le facteur 6,38.

**5 RÉACTIFS**

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

**5.1 Acide sulfurique**, concentré,  $p_{20}$  1,84 g/ml.

**5.2 Sulfate de potassium**, anhydre ( $K_2SO_4$ ).

**5.3 Sulfate de cuivre (II) pentahydraté** ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ).

**5.4 Saccharose** ( $C_{12}H_{22}O_{11}$ ).

**5.5 Acide borique**, solution à 40 g/l.

**5.6 Hydroxyde de sodium**, solution aqueuse concentrée à 30% (m/m).

**5.7 Acide chlorhydrique**, solution titrée 0,1 N, étalonnée par rapport à une solution de tétraborate de sodium décahydraté ( $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ) ou de carbonate de sodium anhydre ( $Na_2CO_3$ ).

**5.8 Indicateur mixte**

Mélanger à volumes égaux une solution de rouge de méthyle à 2 g/l dans de l'éthanol à au moins 95% (V/V) et une solution de bleu de méthylène à 1 g/l dans de l'éthanol à au moins 95% (V/V).

**6 APPAREILLAGE**

**6.1 Balance analytique.**

**6.2 Ballon de Kjeldahl**, de 500 ml de capacité.

**6.3 Appareil de minéralisation**, permettant de maintenir le ballon de Kjeldahl (6.2) dans une position inclinée,

et équipé d'un dispositif de chauffage qui ne devra pas chauffer la partie du ballon se trouvant au-dessus de la surface du liquide qu'il contient.

**6.4 Réfrigérant**, à tube intérieur rectiligne.

**6.5 Tube à dégagement**, présentant un bulbe de sûreté sphérique relié à la partie inférieure du réfrigérant (6.4) par un assemblage en verre rodé, ou par un tuyau en caoutchouc. Si l'on utilise un tuyau en caoutchouc, les extrémités en verre doivent être proches l'une de l'autre.

**6.6 Déflegmateur (piège)**, relié au ballon de Kjeldahl (6.2) et au réfrigérant (6.4) par des bouchons en caoutchouc souple bien adaptés.

**6.7 Fiole conique**, de 500 ml de capacité.

**6.8 Éprouvettes graduées**, de 50 ml et 100 ml de capacité.

**6.9 Burette**, de 50 ml de capacité, graduée en 0,1 ml.

**6.10 Régularisateurs d'ébullition :**

**6.10.1** Pour la minéralisation : petits morceaux de porcelaine dure ou billes en verre.

**6.10.2** Pour la distillation : petits grains de pierre ponce récemment calcinés.

**6.11 Dispositif de broyage**, permettant, si nécessaire (voir 8.1.4), de broyer l'échantillon pour laboratoire sans provoquer d'échauffement excessif ni de perte ou absorption d'humidité. Ne pas utiliser un broyeur à marteaux.

**6.12 Tamis de contrôle**, à toile métallique, de 200 mm de diamètre, de 500 µm de dimension nominale d'ouverture, muni d'un réceptacle, conforme à l'ISO 3310/1.

## **7 ÉCHANTILLONNAGE**

Voir Norme FAO/OMS No. B-1 "Méthodes pour le prélèvement

d'échantillons de lait et de produits laitiers".

## **8 MODE OPÉRATOIRE**

### **8.1 Préparation de l'échantillon pour essai**

**8.1.1** Bien mélanger l'échantillon pour laboratoire au moyen d'agitations et de retournements répétés du récipient (si nécessaire après avoir transvasé la totalité de l'échantillon pour laboratoire dans un récipient étanche à l'air, de capacité convenable, en vue de permettre la réalisation de cette opération).

**8.1.2** Transvaser environ 50 g de l'échantillon pour laboratoire bien mélangé sur le tamis de contrôle (6.12).

**8.1.3** Si cette fraction de 50 g passe complètement ou presque à travers le tamis, utiliser pour la détermination l'échantillon tel qu'il a été préparé en 8.1.1.

**8.1.4** Dans le cas contraire, broyer cette fraction de 50 g au moyen du dispositif de broyage (6.11) jusqu'à ce qu'il passe complètement à travers le tamis. Transvaser immédiatement l'échantillon tamisé dans un récipient étanche à l'air, de capacité suffisante, et bien mélanger au moyen d'agitations et de retournements répétés. Au cours de ces opérations, prendre toutes précautions utiles en vue d'éviter une modification de la teneur en eau du produit.

**8.1.5** Procéder à la détermination dès que possible après la préparation de l'échantillon pour essai.

### **8.2 Contrôle de la présence d'azote non protéique**

Si l'on suppose la présence de caséinate d'ammonium ou d'autres composés ammoniacaux, effectuer l'essai suivant. Ajouter, à 1 g d'échantillon placé dans une petite fiole conique, 10 ml d'eau et 100 mg d'oxyde

de magnésium. Rincer l'oxyde adhérent aux parois et fermer la fiole à l'aide d'un bouchon en liège, en insérant, entre le bouchon et le col de la fiole, un papier de tournesol rouge. Mélanger avec soin, le contenu de la fiole et chauffer la fiole au bain d'eau réglé de 60 à 65 °C. Si le papier de tournesol se colore en bleu dans les 15 min, il y a présence d'ammoniac et la méthode n'est pas applicable (voir chapitre 1).

### **8.3 Essai à blanc**

En même temps que la détermination de la teneur en azote de l'échantillon, procéder à un essai à blanc en remplaçant la prise d'essai par 0,5 g du saccharose (5.4), et en utilisant le même appareillage, les mêmes quantités de tous les réactifs et le même mode opératoire tel qu'il est décrit en 8.5. Si le résultat de l'essai à blanc dépasse 0,5 ml d'acide 0,1 N, les réactifs doivent être vérifiés et le (ou les) réactif(s) impur(s) doit (doivent) être purifié(s) ou remplacé(s).

### **8.4 Prise d'essai**

Introduire, dans le ballon de Kjeldahl (6.2), 0,3 à 0,4 g de l'échantillon pour essai (8.1) pesé à 0,1 mg près.

### **8.5 Détermination**

**8.5.1** Introduire ensuite, dans le ballon, quelques morceaux de porcelaine ou quelques billes en verre (6.10.1) et environ 15 g du sulfate de potassium anhydre (5.2).

Ajouter 0,2 g du sulfate de cuivre(II) (5.3) et rincer le col du ballon avec un peu d'eau. Ajouter 20 ml de l'acide sulfurique concentré (5.1). Mélanger le contenu du ballon.

Chauffer doucement sur l'appareil de minéralisation (6.3) jusqu'à ce qu'il ne se forme plus de mousse. Faire bouillir doucement jusqu'à ce que la solution devienne limpide et incolore. Au cours du chauffage, agiter de temps à autre le ballon.

Poursuivre l'ébullition en réglant le chauffage de manière à condenser les vapeurs d'acide vers le milieu du col du ballon. Poursuivre le chauffage durant 90 min, en évitant toute surchauffe locale.

Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Ajouter, avec précaution, environ 200 ml d'eau et quelques grains de pierre ponce (6.10.2). Mélanger et refroidir de nouveau.

**8.5.2** Introduire, dans la fiole conique (6.7), 50 ml de la solution d'acide borique (5.5) et 4 gouttes de l'indicateur mixte (5.8). Mélanger. Placer la fiole conique sous le réfrigérant (6.4) de manière que l'extrémité du tube à dégagement (6.5) plonge dans la solution d'acide borique. À l'aide d'une éprouvette graduée (6.8), introduire, dans le ballon de Kjeldahl, 80 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.6). Pendant cette opération, tenir le ballon incliné de manière que la solution d'hydroxyde de sodium coule le long de la paroi et forme une couche à la partie inférieure du ballon.

Relier immédiatement le ballon de Kjeldahl au réfrigérant par l'intermédiaire du déflegmateur (6.6).

Mélanger le contenu du ballon de Kjeldahl en imprimant un léger mouvement de rotation au ballon. Chauffer et porter progressivement à l'ébullition, en évitant soigneusement toute formation de mousse. Poursuivre la distillation de manière à recueillir 150 ml de distillat en environ 30 min. La température du distillat doit être inférieure à 25 °C. Environ 2 min avant la fin de la distillation, abaisser la fiole conique de manière que l'extrémité du tube à dégagement ne plonge plus dans la solution acide, et rincer l'extrémité inférieure avec un peu d'eau. Arrêter le chauffage, enlever le tube à dégagement, et en rincer les parois intérieure et extérieure avec un peu

d'eau, en recueillant les eaux de rinçage dans la fiole conique.

**8.5.3** Titrer le distillat dans la fiole conique à l'aide de la solution titrée d'acide chlorhydrique (5.7).

## **9 EXPRESSION DES RÉSULTATS**

### **9.1 Mode de calcul et formule**

**9.1.1** La teneur en protéines de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$\frac{(V_1 - V_2) \times T \times 1,4}{m} \times 6,38$$
$$= \frac{8,932 (V_1 - V_2) \times T}{m}$$

où.

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (5.7), utilisé pour la détermination (8.5);

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (5.7), utilisé pour l'essai à blanc (8.3);

T est la normalité de la solution titrée d'acide chlorhydrique (5.7);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Calculer la teneur en protéines à 0,1 % près.

**9.1.2** Pour calculer la teneur en protéines de l'échantillon en pourcentage en masse par rapport à la matière sèche, multiplier le résultat obtenu selon 9.1.1 par

$$\frac{100}{100 - M}$$

où M est la teneur en eau de l'échantillon, déterminée selon l'ISO 5550.

## **9.2 Fidélité**

### **9.2.1 Répétabilité**

La différence entre deux résultats individuels, obtenus sur un produit identique soumis à essai, par le même analyste utilisant le même appareillage, dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser 0,5 g de protéines pour 100 g de produit tel quel en moyenne plus d'une fois sur 20 dans l'application normale et correcte de la méthode.

### **9.2.2 Reproductibilité**

La différence entre deux résultats individuels et indépendants, obtenus par deux opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un produit identique soumis à essai, ne doit pas dépasser 1,0 g de protéines pour 100 g de produit tel quel en moyenne plus d'une fois sur 20 dans l'application normale et correcte de la méthode.

## **10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI**

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

Soumise au Comité pour approbation  
PROPOSITION CONJOINTE FIL/ISO/AOAC

**Caséines - Détermination de l'acidité libre (Méthode de référence)**

**1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de l'acidité libre des caséines obtenues par précipitation acide ou par fermentation lactique, et des caséines présure.

**2 RÉFÉRENCES**

**Voir Norme FAO/OMS Ho. B- 1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers".**

ISO 3310/1, Tamis de contrôle - Exigences techniques et vérifications - Partie I : Toiles métalliques.

ISO 5550, Caséines et caséinates - Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence).<sup>1)</sup>

1) Actuellement au stade de projet.

**3 DÉFINITION**

**acidité libre des caséines :** Volume, en millilitres, de solution titrée d'hydroxyde de sodium 0,1 N nécessaire pour neutraliser l'extrait aqueux de 1 g du produit.

**4 PRINCIPE**

Extraction aqueuse à 60 °C d'une prise d'essai. Filtration. Titrage du filtrat au moyen d'une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de phénolphthaléine comme indicateur.

**5 RÉACTIFS**

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau déionisée, débarrassée du dioxyde de carbone par ébullition durant 10 min avant utilisation.

**5.1 Hydroxyde de sodium,** solution titrée environ 0,1 N.

**5.2 Phénolphthaléine,** solution à 10 g/l dans de l'éthanol.

**6 APPAREILLAGE**

**6.1 Balance analytique.**

**6.2 Fiole conique à col rodé,** de 500 ml de capacité, munie d'un bouchon en verre rodé.

**6.3 Pipette à un trait,** de 100 ml de capacité.

**6.4 Pipette,** appropriée au mesurage de 0,5 ml de la solution d'indicateur (5.2).

**6.5 Fiole conique,** de 250 ml de capacité.

**6.6 Eprouvette graduée,** de 250 ml de capacité.

**6.7 Burette,** graduée en 0,1 ml.

**6.8 Bain d'eau,** réglable à une température de  $60 \pm 2$  °C.

**6.9 Filtre approprié.**

**6.10 Dispositif de broyage,** permettant, si nécessaire (voir 8.1.4), de broyer l'échantillon pour laboratoire sans provoquer d'échauffement excessif ni de perte ou absorption d'humidité. Ne pas utiliser un broyeur à marteaux.

**6.11 Tamis de contrôle,** à toile métallique, de 200 mm de diamètre, de 500 µm de dimension nominale d'ouverture, muni d'un réceptacle, conforme à l'ISO 3310/1.

**7 ÉCHANTILLONNAGE**

**Norme FAO/OMS No. B - 1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers."**

## 8 MODE OPÉRATOIRE

### 8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

**8.1.1** Bien mélanger l'échantillon pour laboratoire au moyen d'agitations et de retournements répétés du récipient (si nécessaire après avoir transvasé la totalité de l'échantillon pour laboratoire dans un récipient étanche à l'air, de capacité convenable, en vue de permettre la réalisation de cette opération).

**8.1.2** Transvaser environ 50 g de l'échantillon pour laboratoire bien mélangé sur le tamis de contrôle (6.11).

**8.1.3** Si cette fraction de 50 g passe complètement ou presque à travers le tamis, utiliser pour la détermination l'échantillon tel qu'il a été préparé en 8.1.1.

**8.1.4** Dans le cas contraire, broyer cette fraction de 50 g au moyen du dispositif de broyage (6.10) jusqu'à ce qu'il passe complètement à travers le tamis. Transvaser immédiatement l'échantillon tamisé dans un récipient étanche à l'air, de capacité suffisante, et bien mélanger au moyen d'agitations et de retournements répétés. Au cours de ces opérations, prendre toutes précautions utiles en vue d'éviter une modification de la teneur en eau du produit,

**8.1.5** Procéder à la détermination (8.3) dès que possible après la préparation de l'échantillon pour essai.

### 8.2 Prise d'essai

Peser, à 10 mg près, environ 10 g de l'échantillon pour essai (8.1) et les introduire dans la fiole conique (6.2).

### 8.3 Détermination

À l'aide de l'éprouvette de 250 ml (6.6), ajouter 200 ml d'eau, récemment bouillie et préalablement portée à 60 °C, à la prise d'essai. Boucher la fiole, mélanger en tournant, puis placer la fiole au

bain d'eau (6.8) réglé à 60 °C et l'y maintenir durant 30 min. Agiter la fiole environ toutes les 10 min.

Filtrer et refroidir le filtrat à environ 20 °C. Le filtrat doit être limpide.

Introduire, à l'aide de la pipette (6.3), 100 ml du filtrat refroidi dans la fiole conique (6.5). Ajouter, à l'aide de la pipette (6.4), 0,5 ml de la solution éthanolique de phénol-phtaléine (5.2). Titrer à l'aide de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.1), jusqu'à l'apparition d'une couleur rose pâle persistant durant au moins 30 s. Noter, à 0,01 ml près, le volume utilisé.

## 9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 9.1 Mode de calcul et formule

9.1.1 L'acidité libre de la caséine est égale à

$$= \frac{20 \times V \times T}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.1) utilisée;

T est la normalité de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.1);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Calculer l'acidité libre à 0,01 près,

**9.1.2** Pour calculer l'acidité libre de l'échantillon en pourcentage en masse par rapport à la matière sèche, multiplier le résultat obtenu selon 9.1.1 par

$$\frac{100}{100 - M}$$

où M est la teneur en eau de l'échantillon, déterminée selon l'ISO 5550.

## **9.2 Fidélité**

### **9.2.1 Répétabilité**

La différence entre deux résultats individuels, obtenus sur un produit identique soumis à essai, par le même analyste utilisant le même appareillage, dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser 0,02 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N pour 1 g de produit tel quel en moyenne plus d'une fois sur 20 dans l'application normale et correcte de la méthode.

### **9.2.2 Reproductibilité**

La différence entre deux résultats individuels et indépendants, obtenus par deux opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un produit identique soumis à essai, ne doit pas dépasser 0,04 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N pour 1 g de produit tel quel en moyenne plus d'une fois sur 20 dans l'application normale et correcte de la méthode.

## **10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI**

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

Soumise au Comité pour approbation  
PROPOSITION CONJOINTE FIL/ISO/AOAC

LAIT ET PRODUITS LAITIERS – DETERMINATION DU LACTOSE EN PRESENCE  
L'AUTRES SUBSTANCES REDUCTRICES \*

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode enzymatique pour le dosage du lactose en présence d'autres substances réductrices.

La méthode est applicable au lait, aux produits laitiers et à de nombreux aliments contenant des produits laitiers ajoutés. Les résultats peuvent être douteux lorsque cette méthode est appliquée aux produits contenant des quantités beaucoup plus importantes de glucose que de lactose.

2. DEFINITION

Teneur en lactose: Teneur en lactose, exprimée en pourcentage en masse, obtenue par application de la méthode spécifiée ci-après.

3. PRINCIPE (\*\*)

Traitement d'un extrait purifié de l'échantillon par les enzymes et substances biochimiques suivantes, ajoutées simultanément mais agissant successivement:

- $\beta$ -5-galactosidase (EC 3.2.1.23) (\*\*\*) pour hydrolyser le lactose en glucose et galactose;
- hexokinase (EC 2.7.1.1) et adénosine-triphosphate (ATP) pour phosphoryler le glucose, à la fois le glucose présent initialement et celui qui est libéré par le  $\beta$ -galactosidase, en glucose-6-phosphate (G-6-P);
- glucose-6-phosphate déshydrogénase (G-6-PD, EC 1.1.1.49) en présence de nicotinamideadénine dinucléotide-phosphate (NADP) pour oxyder le G-6-P en 6-phosphogluconate (6-GP) et pour convertir le NADP dans sa forme réduite (NADPH).

(\*) La présente norme a été mise au point par un groupe conjoint FIL/ISO/AOAC (Groupe E6 - Président: M. B. Lindqvist, Suède) qui a tenu dûment compte des observations communiquées par les pays membres (Questionnaire 276/E); elle a été approuvée aux fins de publication lors des sessions de la FIL à Stockholm (Suède), en juin 1977 (rapport E- Doc. 80). Avant sa publication, des amendements de forme y ont été apportés par le Président en étroite consultation avec les membres du Groupe. L'ISO devrait également faire paraître cette méthode en 1978 en tant que Projet de norme internationale.

Conformément à la décision du Comité permanent de la Commission E de la FIL, la présente norme devrait être considérée comme une "Norme provisoire" (d'où le papier vert), c'est-à-dire que tout en étant considérée comme la plus appropriée dans l'état actuel des connaissances, elle reste sujette à amendement ou à suppression en fonction de l'expérience ultérieure qui sera acquise par le Groupe d'experts compétent. Nous accueillons favorablement tous renseignements sur les résultats obtenus par les laboratoires qui auront testé la présente méthode. Prière de faire parvenir ces renseignements au Secrétariat général de la FIL (voir adresse ci-dessus), de préférence avant le 15 juin 1979.

(\*\*) Cette méthode est basée sur les articles suivants:

- Bahl, R.K., "An enzymic method for the determination of skimmed milk powder in raw sausages". Analyst 96 (1971) 88-92.
- Bahl, R.K., "An enzymic method for the determination of lactose in milk including human milk". Analyst 97 (1972) 559-561.

(\*\*\*) Le numéro EC se réfère au "Enzyme Classification number" tel qu'il est donné dans;

- The International Union of Biochemistry, "Enzyme nomenclature", Elsevier Publ. Co. Amsterdam 1965.

Détermination de la quantité de NADPH par mesure de l'absorbance de la solution d'essai à 340 nm. La teneur en lactose est proportionnelle à la quantité de NADPH, à condition de faire une correction pour le glucose présent au début de l'analyse.

#### 4. REACTIFS

Sauf indication contraire, les réactifs doivent être de qualité analytique reconnues L'eau utilisée pour la préparation des solutions d'enzymes doit avoir au moins la qualité de l'eau bidistillée dans un appareil en verre, et l'eau utilisée pour les autres usages doit être de l'eau distillée dans un appareil en verre ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

##### 4.1 Fer, solution

Dissoudre 162 g de chlorure de fer (III) hexahydraté ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) dans 500 ml d'eau. Ajuster le pH à 5,0 par addition de solution d'hydroxyde de sodium, et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

**NOTE** - La solution de fer dialysée à 5% de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  que l'on trouve dans le commerce peut être utilisée dans le même but.

##### 4.2 Sulfate de sodium, solution

Dissoudre 200 g de sulfate de sodium décahydraté ( $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml.

##### 4.3 $\beta$ -galactosidase, suspension

L'activité spécifique de la suspension de  $\beta$ -galactosidase doit être au moins égale à 150 unités/ml (\*\*\*) . (Substrat lactose, pH 7,0, 25°C).

Stockée au réfrigérateur la suspension se conserve environ 12 mois. Au cours de l'utilisation de la suspension, le récipient doit être maintenu immergé dans de la glace pilée.

**NOTE** - La  $\beta$ -galactosidase ne doit pas contenir plus de 0,01% de chacune des enzymes suivantes: galactose déshydrogénase,  $\alpha$ -galactosidase, glucose déshydrogénase,  $\alpha$ -glucosidase ou invertase, et pas plus de 0,1 % de lactate déshydrogénase, calculé en termes d'activité spécifique de l'enzyme.

(\*\*\*) L'unité (souvent dénommée unité internationale ou unité étalon) est définie comme étant la quantité d'enzyme catalysant la transformation d'1 $\mu$ mol de substrat par minute dans des conditions normales.

##### 4.4 Phosphate de sodium, solution tampons phosphate de sodium 0,2 M, pH 7,5, $\text{MgSO}_4$ 0,001 M.

Dissoudre 4,2 g de dihydrogénophosphate de sodium monohydraté ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), 30,2 g de monohydrogénophosphate de sodium dihydraté ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) et 0,25 g de sulfate de magnésium heptahydraté ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) dans environ 700 ml d'eau. Vérifier le pH, qui devrait être de 7,5. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau. Conserver la solution à 4°C.

##### 4.5 Acide sulfurique 1,84 g/ml, 95 à 97 % (m/m).

##### 4.6 NDAP, solution aqueuse 0,012 M.

Stockée au réfrigérateur, cette solution se conserve 3 semaines. Au cours de l'utilisation de la solution, le récipient doit être maintenu immergé dans de la glace pilée. Voir note après 4.7.

#### 4.7 ATP, solution aqueuse 0,080 M,

Stockée au réfrigérateur, cette solution se conserve 3 semaines. Au cours de l'utilisation de la solution, le récipient doit être maintenu immergé dans de la glace pilée.

**NOTE** - Le NADP et l'ATP peuvent être achetés sous des formes variées, par exemple acide libre, sel monosodique, sel disodique, sel monopotassique et sel dipotassique et avec des activités variées. Tout type ayant une pureté suffisante peut être utilisé, la quantité requise pour la préparation de la solution étant calculée à partir de la masse molaire.

#### 4.8 Hexokinase et G-6PD, solutions

Solution d'hexokinase extraite de la levure de boulangerie (cristallisée et lyophilisée), et de glucose-6-phosphate déshydrogénase extraite de la levure de boulangerie (cristallisée, lyophilisée, exempte de sulfates), contenant au moins 100 unités (\*) d'hexokinase et 50 unités (\*) de glucose-6-phosphate déshydrogénase par millilitre. Stockée au réfrigérateur, cette solution se conserve au moins 12 mois. Au cours de l'utilisation de la solution, le récipient doit être maintenu immergé dans de la glace pilée.

(\*) Pour la définition des unités, voir par. 4.3.

**NOTES** - Ce réactif peut être obtenu tout préparé dans le commerce. Le rapport de l'activité de l'hexokinase à celle de la G-6-PD est égal à 2:1. Les réactifs 4.4, 4.6, 4.7 et 4.8 peuvent être obtenus dans le commerce en unités préparées.

#### 4.9 Réactif d'enzymes mélangées (voir note ci-après):

- 100 parties de la solution tampon de phosphate de sodium (4.4);
- 5 parties de la solution de NADP (4.6);
- 5 parties de la solution d'ATP (4.7);
- 1 partie de la solution d'hexokinase et de G-6PD (4.8).

Ce réactif est stable pendant 12 h à 25°C et 4 jours à 4°C.

**NOTE** - Ce réactif peut être utilisé dans les déterminations de routine. Pour les déterminations autres que celles de routine, il est préférable d'utiliser les réactifs individuels 4.4, 4.6, 4.7 et 4.8.

### 5. APPAREILLAGE

5.1 Balance analytique.

5.2 Pipettes, de 2 ml, 1 ml, 100 ml et 20 ml de capacité.

5.3 Eprouvettes graduées, de 250 ml et 25 ml de capacité.

5.4 Papier filtre, de 15 cm de diamètre, pour filtration moyenne.

5.5 Entonnoirs à filtration, de 10 cm de diamètre.

5.6 Spectrophotomètre, permettant des lectures d'absorbance à la longueur d'onde de 340 nm, équipé de cuves de 1 cm de parcours optique.

5.7 Tubes à essais, pour le mélange de l'échantillon et des réactifs et pour l'incubation. L'emploi de tubes de 100 mm x 10 mm est conseillé comme convenant.

5.8 Dispositif de mélange et d'agitation à grande vitesse, ou autre appareil de mélange approprié,

5.9 Centrifugeuse, permettant de centrifuger des récipients de 50 ml et de produire une accélération centrifuge d'au moins 500 g.

5.10 Bain d'eau, réglable à  $30 + 0,5^{\circ}\text{C}$ , pour l'incubation des mélanges échantillon-enzymes dans les tubes à essais. -

## 6. ECHANTILLONNAGE

Voir Norme FAO/OMS No. B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers".

## 7. MODE OPERATOIRE

### 7.1 Essai témoin

Effectuer un essai de récupération du lactose en partant d'une solution de teneur connue en lactose pur monohydraté, en opérant selon 7.4.1 à 7.4.9 et en calculant le résultat selon 8.1.

### 7.2 Préparation de la prise d'essai

Si c'est nécessaire, mélanger l'échantillon avant l'analyse, de manière que la prise d'essai soit bien représentative de l'échantillon prélevé.

### 7.3 Teneur en eau de l'échantillon

Pour permettre une addition d'eau exacte au point 7.4.2, la teneur en eau doit être connue.

### 7.4 Détermination

7.4.1 Peser avec précision, une prise d'essai contenant de 0,2 à 0,6 g de lactose. Si l'échantillon est visqueux, peser la prise d'essai sur un morceau de papier paraffiné ou de papier filtre et traiter l'ensemble (prise d'essai et papier) selon 7.4.2.

7.4.2 Introduire la prise d'essai dans le dispositif de mélange (5.8) avec 20 ml de la solution de fer (4.1) et 20 ml de la solution de sulfate de sodium (4.2), ainsi qu'une certaine quantité d'eau telle qu'avec l'eau contenue dans la prise d'essai, on ait un volume de 210 ml et qu'avec les réactifs, on aboutisse à un volume total de 250 ml. (Le volume total réel est supérieur, à cause des matières grasses précipitées, des protéines précipitées, etc. dans l'échantillon).

7.4.3 Agiter la prise d'essai en évitant la formation d'une mousse excessive. Contrôler le pH de la suspension. S'il est supérieur à 5,0, ajouter quelques gouttes de l'acide sulfurique concentré (4.5) pour obtenir un pH de 4,8 à 5,0.

**NOTE** - D'ordinaire, il n'est pas nécessaire de dépasser 2 à 4 gouttes d'acide; le volume ajouté est négligeable par rapport au volume total.

7.4.4 Centrifuger 50 ml de la suspension durant 15 min à au moins 500 g. S'il y a lieu, filtrer le liquide surnageant,

7.4.5 Suivant la teneur présumée en lactose, utiliser, en 7.4.6.1 1 ml du liquide surnageant ou du filtrat respectivement pour la détermination et pour l'essai à blanc, ou diluer une partie aliquote à 100 ml dans une fiole jaugée et utiliser 1 ml de cette dilution respectivement pour la détermination et pour l'essai à blanc.

7.4.6 Effectuer l'addition d'enzymes de la manière suivantes

7.4.6.1 Dans le cas d'un seul échantillon ou d'un petit nombre d'échantillons: Dans deux tubes à essais, introduire successivement, à la pipettes

- 1 ml du liquide surnageant ou du filtrat (ou de la dilution - voir 7.4.5);
- 2 ml de la solution tampon de phosphate de sodium (4.4);

- 100 µl de la solution de NADP (4.6);
- 100 µl de la solution d'ATP (4.7);
- 20 µl de la solution d'hexokinase et de G-6PD (4.8).

Mélanger le contenu de chaque tube.

7.4.6.2 Dans le cas de nombreux échantillons: Dans deux tubes à essais, introduire à la pipettes

- 1 ml du liquide surnageant ou du filtrat (ou de la dilution voir 7.5.5);
- 2 ml du réactif d'enzymes mélangées (4.9)

Mélanger le contenu de chaque tube.

7.4.7 Ajouter 20 µl de la suspension de 3-galactosidase (4.3) à l'un des tubes à essais et 20 µl d'eau dans l'autre tube. Le tube auquel on a ajouté de l'eau représente l'essai à blanc et sera utilisé comme référence pour la détermination spectrophotométrique. Il est destiné à compenser le glucose présent à l'origine dans l'échantillon, ainsi que les propriétés optiques des réactifs.

7.4.8 Incuber les tubes à 30°C durant 30 min et transvaser les contenus dans deux cuves du spectrophotomètre (5.6).

7.4.9 En utilisant l'essai à blanc comme référence, mesurer l'absorbance à 340 nm

## 8. EXPRESSION DES RESULTATS

### 8.1 Mode de calcul

La teneur en lactose de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formules

$$L = \frac{E \times M}{\varepsilon \times d \times m} \times \frac{V_1 \times V_4 \times V_5}{V_2 \times V_3} \times 10^{-4}$$

où

- E est l'absorbance à 340 nm, mesurée selon 7.4.9;
- ε est le coefficient d'absorbance molaire, en centimètres carrés par micromole (CM<sup>2</sup>. µmol<sup>-1</sup>), du NADPH à 340 nm = 6,22;
- d est le parcours optique, en centimètres, des cuves du spectrophotomètre = 1 ;
- M est la masse molaire, en gramme par mole, du lactose; pour le lactose anhydre, M = 342,30; pour l'α-lactose monohydraté, M = 360,31;
- m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.4.1);
- V<sub>1</sub> est le volume total du liquide, en millilitres, dans le tube à essais au point 7.4.7 ; en utilisant la méthode 7.4.6.1, V<sub>1</sub> = 3,24; en utilisant la méthode 7.4.6.2, V<sub>1</sub> = 3,02;
- V<sub>2</sub> est le volume, en millilitres, du liquide surnageant ou du filtrat (ou de la dilution - voir 7.4.5), dans le tube à essais au point 7.4.7; en 7.4.6.1 comme en 7.4.6.2, v<sub>2</sub> = 1 ;
- V<sub>3</sub> est le volume, en millilitres, de la partie aliquote, du liquide surnageant ou du filtrat (7.4.4), prélevé en vue de la dilution éventuelle au point 7.4.5;
- V<sub>4</sub> est le volume, en millilitres, du liquide obtenu par dispersion de la prise d'essai au point 7.4.2 = 250;
- V<sub>5</sub> est le volume, en millilitres, auquel a été diluée la partie aliquote du liquide surnageant ou du filtrat au point 7.4.5 = 100

Note: Dans le cas où il n'a pas été effectué de dilution, le rapport  $\underline{V}_4/\underline{V}_3$  est égal à 1.

## 8.2 Répétabilité

La différence entre deux résultats individuels, obtenus sur un produit identique soumis à essai, par le même analyste utilisant le même appareillage, dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser 1,5% de teneur en lactose en moyenne plus d'une fois sur 20 dans l'application normale et correcte de la méthode.

## 9. PROCES-VERBAL D'ESSAI.

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats. Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

Soumise au Comité pour approbation  
PROPOSITION CONJOINTE FIL/ISO/AOAC

LAIT SEC - DETERMINATION DE L'ACIDITE TITRABLE (méthode de référence)

1. OBJET ET DOMAINES D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de l'acidité titrable dans tous les types de lait sec.

2. REFERENCES

Voir Norme FAO/OMS No. B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers".

ISO/R 1736, Lait sec - Détermination de la teneur en matière grasse (méthode de référence). Norme FIL 26, Détermination de la teneur en eau du lait en poudre. <sup>1</sup>

3. DEFINITION

acidité titrable du lait sec: Nombre de millilitres d'une solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N nécessaire pour neutraliser jusqu'au pH de 8,3 une quantité de produit reconstitué correspondant à 10 g de solide non gras.

4. PRINCIPE

Préparation de lait reconstitué par addition d'eau à une prise d'essai de lait sec correspondant exactement à 5 g de solide non gras. Titrage avec une solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N jusqu'au pH de 8,3. Multiplication du nombre de millilitres utilisé pour le titrage par le facteur 2, de façon à obtenir le nombre de millilitres correspondant à 10 g de solide non gras. La quantité de solution d'hydroxyde de sodium nécessaire est fonction de la quantité de substances tampons présentes à l'état naturel dans le produit et de la quantité de substances acides ou alcalines apparue ou ajoutée.

5. REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou déminéralisée, débarrassée d'oxyde de carbone par ébullition durant 10 min avant utilisation.

5.1 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,1 + 0,0002 N.  
Protéger cette solution pour éviter l'absorption de dioxyde de carbone.

5.2 Azote

6. APPAREILLAGE

6.1 Balance analytique\*

6.2 pH-mètre, avec une électrode en verre et une électrode de référence appropriée, étalonné au moyen de solutions tampons de pH voisins de 6 et de 9, connus à 0,01 unité de pH près.

6.3 Agitateur magnétique.

6.4 Burette, graduée en 0,1 ml et précise à 0,05 ml.

6.5 Epruvette, de 50 ml de capacité.

6.6 Fiole conique, de 100 ml ou 150 ml de capacité, munie d'un bouchon rodé, ayant un col suffisamment large pour pouvoir introduire les électrodes, la pointe de la burette et un tube d'amenée d'azote.

## 7. ECHANTILLONNAGE

Voir Norme FAO/OMS No. B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers"

## 8. MODE OPERATOIRE

### 8.1 Préparation de la prise d'essai

Transvaser l'échantillon dans un récipient propre et sec (muni d'un couvercle étanche à l'air), d'une capacité environ double du volume de l'échantillon. Fermer immédiatement le récipient et mélanger soigneusement le contenu au moyen d'agitations et de retournements répétés du récipient. Eviter autant que possible d'exposer l'échantillon à l'air au cours de ces opérations, afin de réduire le plus possible l'absorption d'eau.

<sup>1</sup> Une Norme ISO concernant la détermination de la teneur en eau du lait sec est à l'étude

### 8.2 Determinación

8.2.1 Peser  $\frac{500}{a} \pm 0,01$  g de la prise d'essai (8.1) dans la fiole conique (6.6),  $a$  étant la teneur de l'échantillon en solide non gras, exprimée en pourcentage en masse.

**NOTE** - La teneur de l'échantillon en solide non gras peut être calculée en soustrayant de 100 la teneur en matière grasse (déterminée selon l'ISO/R 1736) et la teneur en eau (déterminée selon la norme FIL 26).

8.2.2 Reconstituer la prise d'essai (8.2.1) avec 50 ml d'eau à environ 20 C, en agitant vigoureusement, et laisser reposer environ 20 min.

8.2.3 Titrer le contenu de la fiole conique par addition, à la burette (6.4), de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1), jusqu'à ce que le pH, mesuré au pH-mètre (6.2), atteigne 8,3; au cours du titrage, la solution doit être agitée au moyen de l'agitateur magnétique (6.3) et l'absorption de dioxyde de carbone provenant de l'air doit être évitée en insufflant de l'azote dans la fiole conique. La durée du titrage ne doit pas dépasser 1 min.

Noter, à 0,05 ml près, le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde de sodium utilisé.

## 9. EXPRESSION DES RESULTATS

### 9.1 Mode de calcul et formule

L'acidité titrable est égale à

$$2 \times V$$

où V est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium, utilisé pour le titrage (8.2.3).

Exprimer les résultats avec une décimale.

## 9.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 0,4 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N pour 10 g de solide non gras.

## 10. PROCES-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

Soumise aux gouvernements pour acceptation  
PROPOSITION CONJOINTE FIL/ISO/AOAC

**Fromages - Détermination des teneurs en nitrates et en nitrites - Méthode par réduction au cadmium et photométrie**

**1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

La présente Norme internationale spécifie une méthode par réduction au cadmium et photométrie, pour la détermination des teneurs en nitrates et en nitrites des fromages.

La méthode est applicable aux fromages à pâte ferme, demi-ferme et à pâte molle, de divers âges, ainsi qu'aux fromages fondus.

**2 RÉFÉRENCE**

**Voir Norme FAO/OMS numéro B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers."**

**3 DÉFINITION**

**nitrates et nitrites des fromages :** Teneurs en substances déterminées selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale et exprimées respectivement en milligrammes d'ion nitrate ( $\text{NO}_3$ ) et d'ion nitrite ( $\text{NO}_2^-$ ) par kilogramme (parties par million).

**4 PRINCIPE**

Extraction du fromage avec de l'eau chaude, précipitation de la matière grasse et des protéines, et filtration.

Sur une portion du filtrat, réduction, à l'état de nitrites, des nitrates extraits, au moyen de cadmium cuivré.

Développement d'une coloration rouge à partir de portions de filtrat non réduit et à partir de portions de filtrat réduit, par addition de sulfanilamide et de dichlorhydrate de N-(naphtyl)éthylène diamine, puis mesurage photométrique à une longueur d'onde de 538 nm.

Calcul de la teneur en nitrites de l'échantillon et de la teneur totale en nitrites après réduction des nitrates, par comparaison des absorbances mesurées avec celles d'une série de solutions étalons de nitrite de sodium; calcul de la teneur en nitrates à partir de la différence entre ces deux teneurs.

**5 RÉACTIFS**

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique. L'eau utilisée doit être distillée ou déionisée, exempte de nitrites et de nitrates.

NOTE - Dans le but d'éviter l'inclusion de petites bulles de gaz dans la colonne de cadmium cuivré (6.10), l'eau distillée ou déionisée, utilisée pour la préparation de la colonne (8.1), pour la vérification du pouvoir réducteur de la colonne (8.2) et pour la régénération de la colonne (8.3), devrait être de préférence récemment bouillie puis refroidie à la température ambiante.

**5.1 Cadmium**, sous forme de granules, diamètre des particules 0,3 à 0,8 mm.

S'il n'est pas possible de se procurer dans le commerce des granulés de cadmium, ceux-ci peuvent être préparés de la manière suivante :

Placer, dans un bêcher, un nombre convenable de baguettes de zinc et les recouvrir avec une solution de sulfate de cadmium à 40 g/l. Gratter de temps en temps le cadmium spongieux déposé sur les baguettes et cela durant une période de 24 h. Retirer les baguettes de zinc et décanter le liquide jusqu'à ce qu'il en reste seulement une quantité suffisante pour recouvrir le cadmium. Laver deux ou trois fois le cadmium

spongieux avec de l'eau. Transférer le cadmium dans un broyeur de laboratoire avec 400 ml de solution d'acide chlorhydrique 0,1 N et broyer durant quelques secondes afin d'obtenir des granules de la dimension requise. Replacer le contenu du broyeur dans le bécher et l'y maintenir durant plusieurs heures en agitant de temps en temps pour chasser les bulles. Décanter la majeure partie du liquide et procéder immédiatement au cuivrage comme décrit de 8.1.1 à 8.1.5.

## **5.2 Sulfate de cuivre(II), solution.**

Dissoudre 20g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml.

## **5.3 Solution tampon, de pH 9,6 à 9,7.**

Diluer 50 ml d'acide chlorhydrique concentré [ $p_{20}$  1,19 g/ml; environ 38 % (m/m) HCl] avec 600 ml d'eau. Après mélange, ajouter 100 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium concentrée [ $p_{20}$  0,88 g/ml; environ 35% (m/m)  $\text{NH}_3$ ]. Compléter à 1000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

Ajuster le pH de 9,6 à 9,7 si nécessaire.

## **5.4 Acide chlorhydrique, solution environ 2 N.**

Diluer 160 ml d'acide chlorhydrique concentré ( $p_{20}$  1,19 g/ml) à 1 000 ml avec de l'eau.

## **5.5 Acide chlorhydrique, solution environ 0,1 N.**

Diluer 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique 2 N (5.4) à 1 000 ml avec de l'eau.

## **5.6 Solutions pour la précipitation des protéines et de la matière grasse**

### **5.6.1 Sulfate de zinc, solution.**

Dissoudre 53,5 g de sulfate de zinc heptahydraté ( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et compléter à 100 ml.

### **5.6.2 Hexacyanoferrate(II) de potassium, solution.**

Dissoudre 17,2 g d'hexacyanoferrate(II) de potassium trihydraté [ $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ] dans de l'eau et compléter à 100 ml.

### **5.7 EDTA, solution.**

Dissoudre 33,5 g d'éthylène dinitrilo («éthylène diamino») tétraacétique disodique dihydraté

( $\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml.

## **5.8 Solutions pour le développement de la coloration**

### **5.8.1 Solution I.**

Dissoudre, en chauffant au bain d'eau, 0,5 g de sulfanilamide ( $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$ ) dans un mélange constitué par 75 ml d'eau et 5 ml d'acide chlorhydrique concentré ( $p_{20}$  1,19 g/ml). Refroidir à la température ambiante et compléter à 100 ml avec de l'eau. Filtrer si nécessaire.

### **5.8.2 Solution II.**

Diluer 450 ml d'acide chlorhydrique concentré ( $p_{20}$  1,19 g/ml) à 1 000 ml avec de l'eau.

### **5.8.3 Solution III.**

Dissoudre 0,1 g de dichlorhydrate de N-(naphtyl-1) éthylène diamine ( $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$ ) dans de l'eau. Compléter à 100 ml avec de l'eau. Filtrer si nécessaire.

La solution peut être conservée jusqu'à 1 semaine au réfrigérateur, dans un récipient en verre brun bien bouché.

### **5.9 Nitrite de sodium, solution étalon.**

Dissoudre 0,150 g de nitrite de sodium ( $\text{NaNO}_2$ ), préalablement séché de 110 à 120 °C jusqu'à masse constante, dans de l'eau; compléter à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée et homogénéiser.

Le jour de l'utilisation, diluer 10 ml de cette solution avec 20 ml de la solution tampon (5.3), compléter ensuite à

1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée et homogénéiser.

1 ml de cette dilution finale contient 1,00 µg de NO<sub>2</sub><sup>-</sup>.

#### **5.10 Nitrate de potassium, solution étalon.**

Dissoudre 1,468 g de nitrate de potassium (KNO<sub>3</sub>), préalablement séché de 110 à 120 °C jusqu'à masse constante, dans de l'eau; compléter à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée et homogénéiser.

Le jour de l'utilisation, diluer 5 ml de cette solution avec 20 ml de la solution tampon (5.3), compléter ensuite à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée et homogénéiser.

1 ml de cette dilution finale contient 4,50 µg de NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.

### **6 APPAREILLAGE**

Toute la verrerie doit être soigneusement lavée et rincée avec de l'eau distillée pour être certain qu'elle est exempte de nitrates et de nitrites.

#### **6.1 Balance analytique.**

#### **6.2 Dispositif de broyage approprié.**

#### **6.3 Mixeur-homogénéiseur de laboratoire, avec récipients en verre de 250 ou 400 ml de capacité.**

#### **6.4 Fioles coniques, de 250 ml de capacité.**

#### **6.5 Fioles jaugées à un trait, de 100, 500 et 1 000 ml de capacité, conformes à l'ISO 1042, classe B.**

#### **6.6 Pipettes, permettant de délivrer 2-4-5-6-8-10 - 12 - 20 - 25 et 50 ml, conformes à l'ISO 648, classe A, ou à l'ISO/R 835.**

NOTE - Le cas échéant, des burettes peuvent être utilisées à la place des pipettes.

#### **6.7 Éprouvettes graduées, de 5 - 10 - 25 - 100 - 250 - 500 et 1 000 ml de capacité.**

#### **6.8 Entonnoirs en verre, d'environ 7 cm de diamètre, à tige courte.**

#### **6.9 Papier filtre, pour filtration moyenne, d'environ 15 cm de diamètre, exempt de nitrates et de nitrites.**

#### **6.10 Appareil pour la réduction des nitrates (par exemple celui qui est représenté à la figure).**

#### **6.11 Colorimètre photoélectrique, ou spectrophotomètre, permettant d'effectuer des mesurages à une longueur d'onde de 538 nm, avec cellules de 1 à 2 cm de parcours optique.**

### **7 ÉCHANTILLONNAGE**

#### **Voir Norme FAO/OMS No. B-1 "Méthodes pour**

#### **7.1 le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers."**

7.2 Conserver l'échantillon de manière qu'il ne se produise aucune détérioration, ni aucune modification de sa composition.

### **8 MODE OPÉRATOIRE**

#### **8.1 Préparation de la colonne de cadmium cuivré**

8.1.1 Introduire les granulés de cadmium (5.1) (environ 40 à 60 g pour chaque colonne) dans une fiole conique (6.4).

8.1.2 Ajouter une quantité suffisante de la solution d'acide chlorhydrique 2 N (5.4) pour couvrir le cadmium. Agiter durant quelques minutes.

8.1.3 Décanter la solution, puis laver à fond le cadmium dans la fiole avec de l'eau jusqu'à ce qu'il soit exempt de chlorures.

8.1.4 Cuivrer les granulés de cadmium par addition de la solution de sulfate de cuivre(II) (5.2) (environ 2,5 ml par

gramme de cadmium) et agitation durant 1 min.

**8.1.5** Aussitôt après, décanter la solution, puis laver le cadmium cuivré avec de l'eau, en prenant soin que le cadmium soit continuellement couvert d'eau. Arrêter le lavage lorsque l'eau de lavage est exempte de cuivre précipité.

**8.1.6** Placer un tampon de laine de verre à la base de la colonne en verre destinée à contenir le cadmium cuivré (voir la figure). Remplir la colonne en verre avec de l'eau.

**8.1.7** Transférer le cadmium cuivré dans la colonne en verre, en réduisant à un minimum l'exposition à l'air. La hauteur de cadmium cuivré devrait être de 15 à 20 cm,

#### NOTES

1. Eviter d'enfermer des bulles d'air entre les granulés de cadmium cuivré.
2. Eviter de laisser le liquide descendre en dessous du niveau du cadmium cuivré.

**8.1.8** Conditionner la colonne qui vient d'être préparée en y faisant circuler un mélange constitué par 750 ml d'eau, 225 ml de la solution étalon de nitrate de potassium (5.10), 20 ml de la solution tampon (5.3) et 20 ml de la solution d'EDTA (5.7), à un débit ne dépassant pas 6 ml/min. Laver ensuite la colonne avec 50 ml d'eau,

## **8.2 Contrôle du pouvoir réducteur de Sa colonne**

Procéder à ce contrôle au moins deux fois par jour, au début et à la fin d'une série de déterminations.

**8.2.1** Prélever, à Sa pipette, 20 ml de la solution étalon de nitrate de potassium (5.10) et les introduire dans le réservoir situé à la partie supérieure de la colonne. Ajouter immédiatement 5 ml de la solution tampon (5.3) au contenu du réservoir. Recueillir l'éluat dans une fiole jaugée de 100 ml. Le débit ne doit pas dépasser 6 ml/min.

**8.2.2** Lorsque le réservoir est presque vide, laver les parois avec environ 15 ml d'eau et, lorsque celle-ci s'est écoulée, répéter le même traitement avec une autre portion de 15 ml d'eau. Lorsque cette deuxième portion est complètement passée dans la colonne, remplir complètement le réservoir avec de l'eau et la laisser s'écouler à travers la colonne en opérant au débit maximal.

**8.2.3** Après avoir recueilli près de 100 ml d'éluat, enlever la fiole jaugée, compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

**8.2.4** Prélever, à la pipette, 10 ml de l'éluat et les introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter de l'eau pour obtenir un volume d'environ 60 ml. Procéder comme il est spécifié en 8.9.2, 8.9.3 et 8.9.4.

**8.2.5** Si la concentration en nitrite de l'éluat dilué (8.2.4), déterminée d'après la courbe d'étalonnage (8.10), est inférieure à 0,063 µg de NO<sub>2</sub><sup>-</sup> par millilitre (c'est-à-dire 95% de la valeur théorique), la colonne doit être régénérée.

## **8.3 Régénération de la colonne**

Régénérer Sa colonne, comme suit, après l'emploi, à la fin de chaque journée, ou plus fréquemment si le contrôle (8.2) démontre une perte de l'efficacité.

**8.3.1** Ajouter environ 5 ml de la solution d'EDTA (5.7) et 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique 0,1 N (5.5) à 100 ml d'eau. Faire passer ce mélange à travers la colonne, à un débit d'environ 10 ml/min.

**8.3.2** Lorsque le réservoir est vide, laver la colonne successivement avec de l'eau, avec de la solution d'acide chlorhydrique 0,1 N (5.5), puis avec de l'eau.

**8.3.3** Si la colonne montre encore une efficacité insuffisante, répéter les opérations spécifiées en 8.1.8.

#### **8.4 Préparation de l'échantillon pour essai**

Avant S'analyse, enlever la croûte du fromage ou la partie superficielle moisie, de façon à obtenir un échantillon représentatif du fromage tel qu'il est consommé. Broyer l'échantillon au moyen d'un appareil approprié; mélanger rapidement la masse broyée et, si possible, broyer de nouveau et mélanger soigneusement. Si l'échantillon ne peut pas être broyé, Je mélanger soigneusement en pétrissant et agitant fortement.

Transférer l'échantillon pour essai dans un récipient étanche, en attendant l'analyse qui doit être effectuée aussitôt que possible après le broyage. Si un délai est inévitable, prendre toutes les précautions en vue d'assurer une conservation convenable de l'échantillon et d'éviter la condensation d'eau à la surface interne du récipient. Les fromages présentant après broyage, une croissance de moisissures indésirables ou un débit d'altération, ne doivent pas être analysés.

Nettoyer l'appareil après le broyage de chaque échantillon.

#### **8.5 Prise d'essai**

Peser 10 g de l'échantillon pour essai, à 1 mg près, et les transférer quantitativement dans un récipient en verre du mixeur-homogénéiseur (6.3).

#### **8.6 Extraction et déprotéination**

8.6.1 Ajouter 164 ml d'eau tiède (50 à 55 °C) à la prise d'essai. Mélanger dans le mixeur-homogénéiseur jusqu'à ce que le fromage soit bien dispersé.

8.6.2 Ajouter, dans l'ordre suivant, 6 ml de la solution de sulfate de zinc (5.6.1), 6 ml de la solution d'hexacyanoferrate(II) de potassium (5.6.2) et 20ml de la solution tampon (5.3), à la suspension de fromage, en agitant soigneusement après chaque ajout.

8.6.3 Après 3 min, filtrer la solution sur papier filtre (6.9), en recueillant le filtrat dans une fiole conique de 250 ml.

NOTE - Il est nécessaire d'avoir un filtrat limpide. Dans ce but, si l'on analyse des fromages à forte maturation, il peut être nécessaire d'utiliser des quantités plus importantes de réactifs défécants. Si c'est le cas, le volume d'eau tiède ajouté en 8.6.1 devrait alors être diminué de la même quantité.

#### **8.7 Réduction des nitrates en nitrites**

8.7.1 Prélever, à la pipette, 20 ml du filtrat (8.6.3) et les introduire dans le réservoir situé à la partie supérieure de la colonne. Ajouter 5 ml de la solution tampon (5.3) au contenu du réservoir. Recueillir l'éluat dans une fiole jaugée de 100 ml. Le débit ne doit pas dépasser 6 ml/min.

8.7.2 Lorsque le réservoir est presque vide, laver les parois avec environ 15 ml de la solution tampon (5.3) et, lorsque celle-ci s'est écoulée, répéter le même traitement avec une autre portion de 15 ml de solution tampon. Lorsque cette deuxième portion est complètement passée dans la colonne, remplir complètement le réservoir avec de la solution tampon et la laisser s'écouler à travers la colonne en opérant au débit maximal.

8.7.3 Après avoir recueilli près de 100 ml d'éluat, enlever la fiole jaugée, compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

#### **8.8 Préparation de la solution pour la détermination des nitrites dans l'échantillon**

Prélever, à la pipette, 20 ml du filtrat (8.6.3) et les introduire dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

#### **8.9 Détermination**

8.9.1 Introduire respectivement, dans des fioles jaugées de 100 ml distinctes, des parties aliquotes égales prélevées à la pipette (par exemple 25 ml) du filtrat dilué (8.8) et de l'éluat (8.7.3). Ajouter

de l'eau dans chacune des fioles afin d'obtenir des volumes d'environ 60 ml. Traiter ensuite le contenu de chaque fiole comme il est spécifié en 8.9.2, 8.9.3 et 8.9.4.

**8.9.2** Ajouter 6 ml de la solution II (5.8.2) et ensuite 5 ml de la solution I (5.8.1). Mélanger avec soin et abandonner la solution durant 5 min à la température ambiante et à l'abri de la lumière solaire directe.

**8.9.3** Ajouter 2 ml de la solution II (5.8.3). Mélanger avec soin et abandonner la solution durant 5 min à la température ambiante et à l'abri de la lumière solaire directe. Compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

**8.9.4** Mesurer, dans les 15 min qui suivent, l'absorbance de la solution par rapport à celle d'un essai à blanc des réactifs (8.10) à une longueur d'onde de 538 nm.

**8.9.5** Effectuer deux déterminations sur le même filtrat dilué (8.8) et deux déterminations sur le même éluat (8.7.3).

## **8.10 Essai à blanc**

Effectuer un essai à blanc des réactifs en utilisant tous les réactifs et en employant 4 ml d'eau au lieu de la prise d'essai.

## **8.11 Courbe d'étalonnage**

**8.11.1** Prélever, à la pipette, 0-2-4-6-8-10-12 - 16 et 20 ml de la solution étalon de nitrite de sodium (5.9) et les introduire dans des fioles jaugées de 100 ml distinctes. Ajouter de l'eau dans chacune des fioles afin d'obtenir des volumes d'environ 60 ml.

**8.11.2** Appliquer le mode opératoire décrit en 8.9.2 et 8.9.3.

**8.11.3** Mesurer, dans les 15 min qui suivent, les absorbances des solutions par rapport à celle de la première

solution (ne contenant pas de nitrites) à une longueur d'onde de 538 nm.

**8.11.4** Tracer la courbe des absorbances obtenues en 8.11.3 en fonction des concentrations en nitrite, en microgrammes par millilitre, calculées à partir des volumes de solution étalon de nitrite de sodium ajoutés (voir 8.11.1).

## **9 EXPRESSION DES RÉSULTATS**

### **9.1 Teneur en nitrites**

#### **9.1.1 Mode de calcul et formule**

La teneur en nitrites de l'échantillon, exprimée en milligrammes d'ion nitrite ( $\text{NO}_2^-$ ) par kilogramme, est égale à

$$\text{NO}_2^- = \frac{100\,000 \times c_1}{m \times V}$$

où

$c_1$  est la concentration, en microgrammes de  $\text{NO}_2^-$  par millilitre, lue sur la courbe d'étalonnage et correspondant à l'absorbance mesurée (8.9.4) de la solution obtenue avec le filtrat dilué (8.8);

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$V$  est le volume, en millilitres, de la partie aliquote (8.9.1) prélevée à partir du filtrat dilué (8.8).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations (8.9.5).

Exprimer le résultat à 0,1 mg/kg près.

#### **9.1.2 Répétabilité**

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées presque simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 1 mg/kg.

## 9.2 Teneur en nitrates

### 9.2.1 Mode de calcul et formule

La teneur en nitrates de l'échantillon, exprimée en milligrammes d'ion nitrate ( $\text{NO}_3^-$ ) par kilogramme, est égale à

$$\text{NO}_3^- = 1,35 \left( \frac{100000 \times c_2}{m \times V} - \text{NO}_2^- \right)$$

où

$c_2$  est la concentration, en microgrammes de  $\text{NO}_2^-$  par millilitre, lue sur la courbe d'étalonnage et correspondant à l'absorbance mesurée (8.9.4) de Sa solution obtenue avec l'éluat (8.7.3);

$\text{NO}_2^-$  est la teneur en nitrites de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme, calculée comme il est décrit en 9.1.1;

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$V$  est le volume, en millilitres, de la partie aliquote (8.9.1) prélevée à partir de l'éluat (8.7.3).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations (8.9.5).

Exprimer le résultat à 1 mg/kg près.

### 9.2.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées presque simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 3 mg/kg si la teneur en nitrates est égale ou inférieure à 30 mg/kg, et ne doit pas dépasser 10% de la moyenne arithmétique des résultats si la teneur en nitrates dépasse 30 mg/kg.

## 10 PROCES-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

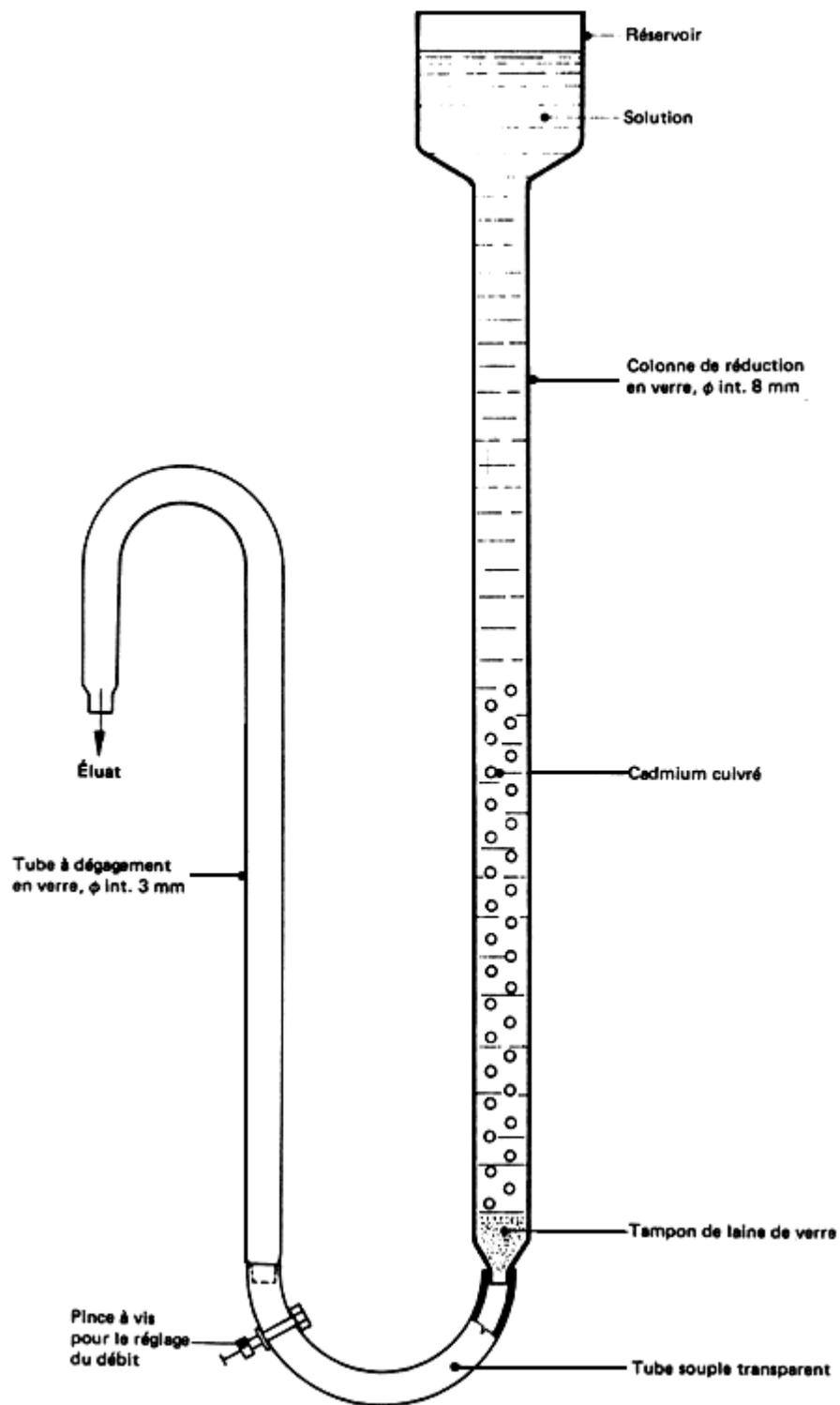


FIGURE – Appareil pour la réduction des nitrates

Soumise aux gouvernements pour acceptation  
PROPOSITION CONJOINTE FIL/ISO/AOAC

**Matière grasse de lait déshydratée - Détermination de l'indice de peroxyde  
(Méthode de référence)**

**1 OBJET ET DOMAINE  
D'APPLICATION**

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de l'indice de peroxyde de la matière grasse de lait déshydratée et produits dérivés.

La méthode est applicable à la matière grasse de lait déshydratée, à l'huile de beurre anhydre (matière grasse butyrique anhydre), à l'huile de beurre (matière grasse butyrique) ou ghee, ayant un indice de peroxyde ne dépassant pas 1,0.

NOTE- Ces produits sont définis dans la norme FIL 68: 1971.

Elle n'est pas applicable aux produits contenant des gallates comme antioxydants.

**2 RÉFÉRENCE**

**Voir Norme FAO/OMS No. B- 1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers".**

**3 DÉFINITION**

indice de peroxyde : Nombre de milliéquivalents d'oxygène par kilogramme de matière grasse de lait déshydratée, déterminé selon la méthode décrite.

**4 PRINCIPE**

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de chloroforme et de méthanol, puis addition de chlorure de fer(II) et de thiocyanate d'ammonium. Enfin, après une durée de réaction déterminée, dosage photométrique de la quantité de complexe rouge de fer(III) formé.

**5 RÉACTIFS**

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

**5.1 Chloroforme-méthanol, mélange.**

Mélanger 70 volumes de chloroforme (trichlorométhane) à 30 volumes de méthanol anhydre.

**5.2 Chlorure de fer(II), solution.**

Préparer cette solution à l'abri de la lumière directe.

Dissoudre 0,4 g environ de chlorure de baryum dihydraté ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans 50 ml environ d'eau.

Dissoudre 0,5 g environ de sulfate de fer(II) heptahydraté ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) dans 50 ml environ d'eau.

Verser doucement la solution de chlorure de baryum, en agitant constamment dans la solution de sulfate de fer(II) et ajouter approximativement 2 ml d'acide chlorhydrique 10 N environ.

Laisser reposer le précipité de sulfate de baryum ou bien centrifuger le mélange de sorte que le liquide surnageant soit limpide. Décanter la solution claire dans un flacon en verre brun. Ne pas conserver la solution plus de 1 semaine.

NOTE - La solution de chlorure de fer(II) peut également être préparée en dissolvant 0,35g environ de chlorure de fer(II) tétrahydraté ( $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) dans 100 ml environ d'eau et en ajoutant 2 ml d'acide chlorhydrique 10 N environ.

### **5.3 Thiocyanate d'ammonium, solution.**

Dissoudre 30 g environ de thiocyanate d'ammonium (NH<sub>4</sub>SCN) dans de l'eau et compléter à 100 ml. Si la solution n'est pas incolore, la décolorer en l'extrayant à plusieurs reprises avec de petites quantités (par exemple des fractions de 5 ml) d'alcool iso-amyl-1 (méthyl-3 butanol-1).

### **5.4 Chlorure de fer(III), solution étalon correspondant à 10 µg de Fe par millilitre.**

Dissoudre 0,500 g de fer en poudre ou de fil de fer dans 50 ml environ d'acide chlorhydrique 10 N et 1 à 2 ml de solution de peroxyde d'hydrogène à 30 % (m/m) environ.

Éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène en faisant bouillir durant 5 min. Refroidir à la température ambiante et compléter avec de l'eau à 500 ml dans une fiole jaugée. Prélever, à l'aide d'une pipette, 1 ml de cette solution, l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec le mélange de chloroforme et de méthanol (5.1) et homogénéiser.

### **5.5 Acide chlorhydrique, solution 0,2 N environ.**

Prélever 2 ml d'acide chlorhydrique 10 N environ et diluer à 100 ml avec de l'eau.

## **6 APPAREILLAGE**

### **6.1 Balance analytique.**

**6.2 Burettes**, de capacité 10 ml, graduées en 0,02 ml, conformes à l'ISO R 385, classe A.

**6.3 Pipettes graduées**, de capacité 1 ml, graduées en 0,05 ml, conformes à l'ISO/R 835, classe A.

NOTE - Des pipettes de capacité inférieure (non couvertes par l'ISO/R 835) peuvent également être utilisées.

**6.4 Photomètre**, permettant les mesurages à une longueur d'onde de 500 nm, avec cuves appropriées (de

préférence cylindriques), de capacité 15 ml au moins et de parcours optique 15 mm au moins.

## **7 ECHANTILLONNAGE**

**Voir Norme FAO/OMS No. B- 1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers."**

L'échantillon pour laboratoire doit être reçu dans un récipient étanche à l'air, muni d'une fermeture de sécurité, rempli au moins aux trois quarts et à l'abri de la lumière. Noter dans le procès-verbal d'essai tout échantillon pour laboratoire ne satisfaisant pas à ces conditions.

## **8 MODE OPÉRATOIRE**

### **8.1 Préparation de l'échantillon pour essai**

Effectuer cette préparation, dans la mesure du possible, à l'abri de la lumière directe.

Rendre complètement liquide l'échantillon pour laboratoire, si nécessaire en chauffant le récipient, non ouvert, à plus basse température permettant cette liquéfaction. Homogénéiser l'échantillon rendu liquide en prenant soin, dans la mesure du possible, d'éviter l'inclusion d'air. Effectuer la détermination sans délai pendant que le produit est encore liquide.

### **8.2 Précautions**

Afin d'éviter l'oxydation des lipides, observer les précautions suivantes :

**8.2.1** Eviter d'exposer l'échantillon à la lumière.

**8.2.2** Faire en sorte que la détermination, de 8.3.1 à 8.3.5 inclus, y compris le- temps de réaction de 5 min, soit effectuée en moins de 10 min.

**8.2.3** Dans la mesure du possible, effectuer l'essai à l'abri de la lumière.

### 8.3 Détermination

**8.3.1** Peser, à 0,001 g près, dans une cuve du photomètre (6.4), 0,3 g environ de l'échantillon pour essai (8,1). Noter le temps (voir 8.3.5).

**8.3.2** Ajouter immédiatement, dans la cuve, 9,60 ml du mélange de chloroforme et de méthanol (5.1) à l'aide d'une burette (6.2); mélanger doucement pour dissoudre la prise d'essai.

NOTE - Pour des déterminations en série, il peut être avantageux d'effectuer les analyses dans des cuves pour photomètre cylindriques et munies de couvercles en verre rodé.

**8.3.3** À l'aide d'une pipette graduée (6.3), ajouter 0,05 ml de la solution de thiocyanate d'ammonium (5.3) et homogénéiser.

**8.3.4** Mesurer l'absorbance (absorbance à blanc de la matière grasse,  $E_0$ ) à 500 nm par rapport au mélange de chloroforme et de méthanol contenu dans une cuve identique.

**8.3.5** A l'aide d'une pipette graduée (6.3), ajouter 0,05 ml de la solution de chlorure de fer(II) (5.2), mélanger et attendre 5 min mesurées au moyen d'un réveil ou d'un chronomètre, puis mesurer l'absorbance ( $E_2$ ) à 500 nm par rapport au mélange de chloroforme et de méthanol. Cette opération doit être réalisée dans les 10 min qui suivent le temps noté en 8.3.1.

**8.3.6** Effectuer un essai à blanc en introduisant, dans une cuve du photomètre, 9,90 ml du mélange de chloroforme et de méthanol (sans la prise d'essai) et en suivant le mode opératoire décrit en 8.3.3 et 8.3.5.

(L'absorbance observée est l'absorbance à blanc des réactifs,  $E_1$ )

### 8.4 Courbe d'étalonnage

Dans quatre cuves, introduire, à l'aide d'une burette (6.2) 0,25 - 0,5 - 1 et 2 ml de la solution étalon de chlorure de fer(III) (5.4) de manière à réaliser une

série renfermant respectivement 2,5 - 5 - 10 et 20  $\mu\text{g}$  d'ion  $\text{Fe}^{3+}$ .

À l'aide d'une burette (6.2), ajouter, dans ces quatre cuves, respectivement 9,65 - 9,4 - 8,9 et 7,9 ml du mélange de chloroforme et de méthanol (5.1). À l'aide d'une pipette graduée (6.3), ajouter, dans chacune des cuves, 0,05 ml de la solution de thiocyanate d'ammonium (5.3) et, à l'aide d'une autre pipette graduée, 0,05 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.5), et homogénéiser. Noter, pour chaque cuve, le temps correspondant à ce stade.

Après une durée de réaction de 5 min pour chaque cuve, mesurer les absorbances à 500 nm par rapport au mélange de chloroforme et de méthanol contenu dans une cuve identique.

Porter sur un graphique les absorbances mesurées en fonction des masses d'ion  $\text{Fe}^{3+}$  exprimées en microgrammes.

Tracer la ligne droite qui correspond le mieux à ces divers points.

## 9. EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 9.1 Mode de calcul et formules

**9.1.1** A partir de la différence des absorbances

$$E_2 - (E_0 + E_1)$$

et au moyen de la courbe d'étalonnage ou au moyen du facteur établi d'après cette courbe, calculer la quantité ( $m$ ) d'ion  $\text{Fe}^{3+}$ , en microgrammes.

$E_0$  est l'absorbance mesurée de la façon décrite en 8.3.4.

$E_1$  est l'absorbance mesurée de la façon décrite en 8.3.6.

$E_2$  est l'absorbance mesurée de la façon décrite en 8.3.5.

**9.1.2** L'indice de peroxyde de la matière grasse, exprimé en

milliéquivalents d'oxygène par kilogramme, est égal à

$$\frac{m}{55,84 m_0}$$

où

m est la masse, en microgrammes, d'ion Fe<sup>3+</sup>, calculée de la façon décrite en 9.1.1 ;

m<sub>0</sub> est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Exprimer le résultat à 0,01 unité d'indice de peroxyde près.

## 9.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste utilisant le même appareillage, ne doit pas dépasser 0,05 unité d'indice de peroxyde.

## 10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

Soumise aux gouvernements pour acceptation  
PROPOSITION CONJOINTE FIL/ISO/AOAC

**Beurre - Détermination des teneurs en eau, en matière sèche non grasse et en matière grasse sur la même prise d'essai (Méthode de référence)**

**1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination des teneurs en eau, en matière sèche non grasse (sel compris) et en matière grasse du beurre, sur la même prise d'essai.

**2 RÉFÉRENCE**

**Voir Norme FAO/OMS No. B- 1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers."**

**3 DÉFINITIONS**

**3.1 teneur en eau du beurre :** Perte de masse, exprimée en pourcentage, déterminée selon le mode opératoire spécifié.

**3.2 teneur en matière sèche non grasse du beurre:** Pourcentage en masse des substances, déterminé selon le mode opératoire spécifié.

**3.3 teneur en matière grasse du beurre :** Pourcentage en masse obtenu en soustrayant de 100, la teneur en eau et la teneur en matière sèche non grasse.

**4 PRINCIPE**

**4.1 Détermination de la teneur en eau**

Séchage d'une masse connue de beurre, à  $102 \pm 2^\circ \text{C}$ , et détermination de la perte de masse par pesée.

**4.2 Détermination de la teneur en matière sèche non grasse**

Extraction de la matière grasse du beurre déshydraté (4.1), à l'aide d'éther

de pétrole ou de n-hexane, et pesée du résidu.

**4.3 Détermination de la teneur en matière grasse**

Calcul de la teneur en matière grasse par différence (voir 3.3).

**5 RÉACTIF**

n-Hexane, ou éther de pétrole ayant un point d'ébullition compris entre 30 et 60 °C. Le réactif employé ne doit pas laisser plus de 1 mg de résidu après évaporation de 100 ml.

**6 APPAREILLAGE**

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

**6.1 Balance analytique.**

**6.2 Étuve à dessiccation,** bien ventilée et réglable à  $102 \pm 2^\circ \text{C}$ .

**6.3 Capsules,** en verre, en porcelaine ou en métal résistant à la corrosion dans les conditions de l'essai, ayant au moins 25 mm de hauteur et au moins 50 mm de diamètre.

**6.4 Creusets à filtration,** à plaque en verre fritte de porosité P 40 (diamètre des pores compris entre 16 et 40  $\mu\text{m}$ ), avec fiole à aspiration.

**6.5 Agitateur,** muni d'un embout en matière flexible et inerte.

**6.6 Dessiccateur,** garni d'un agent déshydratant convenable, par exemple gel de silice avec indicateur coloré de saturation.

## **7 ÉCHANTILLONNAGE**

**Voir Méthode FAO/OMS No, B- 1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers."**

## **8 MODE OPÉRATOIRE**

### **8.1 Préparation de l'échantillon pour essai**

Tiédifier l'échantillon pour laboratoire contenu dans son récipient initial clos, lequel doit être rempli à la moitié ou aux deux tiers, à une température à laquelle l'échantillon sera assez mou pour permettre un mélange très poussé jusqu'à l'obtention d'une masse homogène (soit à l'aide d'un agitateur mécanique, soit manuellement), sans aucune rupture de l'émulsion. La température du mélange ne doit pas, normalement, dépasser 35 °C.

Refroidir l'échantillon à la température ambiante, en continuant le mélange jusqu'à refroidissement complet. Le plus tôt possible après le refroidissement, ouvrir le récipient renfermant l'échantillon et agiter brièvement (pas plus de 10 s) à l'aide d'un instrument approprié, par exemple une cuiller ou une spatule, avant sa pesée de la prise d'essai.

### **8.2 Détermination de la teneur en eau**

**8.2.1** Sécher une capsule (6.3) dans l'étuve (6.2), maintenue à  $102 \pm 2$  °C, durant au moins 1 h.

**8.2.2** Laisser refroidir la capsule dans le dessiccateur (6.6) à la température de la salle des balances et la peser à 0,1 mg près.

**8.2.3** Introduire et peser dans la capsule, à 1 mg près, une prise d'essai de 2 à 6 g de l'échantillon pour essai (8.1). (Pour le beurre non salé, les prises d'essai doivent être comprises entre 5 et 6 g.)

**8.2.4** Mettre la capsule à l'étuve, maintenue à  $102 \pm 2$  °C, et l'y laisser séjourner durant 2 h.

**8.2.5** Laisser refroidir la capsule dans le dessiccateur à la température de la salle des balances et la peser à 0,1 mg près.

**8.2.6** Répéter le séchage durant 1 h, puis durant des périodes supplémentaires de 30 min, en refroidissant et pesant chaque fois comme il est spécifié en 8.2.5, jusqu'à l'obtention d'une masse constante (l'écart de masse ne devant pas dépasser 0,5 mg). Dans le cas d'une reprise de masse, retenir pour les calculs la masse la plus faible enregistrée.

### **8.3 Détermination de la teneur en matière sèche non grasse**

**8.3.1** Sécher un creuset à filtration (6.4) dans l'étuve (6.2), maintenue à  $102 \pm 2$  °C, durant au moins 1 h.

**8.3.2** Laisser refroidir le creuset dans le dessiccateur (6.6) à la température de la salle des balances et le peser à 0,1 mg près.

**8.3.3** Introduire 10 à 15 ml de n-hexane ou d'éther de pétrole (chapitre 5) tiède (voir la note) dans la capsule contenant la matière sèche obtenue lors du dosage de l'eau (8.2), de manière à dissoudre la matière grasse.

NOTE - Dans le cas du n-hexane ou d'éther de pétrole dont le point initial de distillation est de 40°C ou au dessus, adopter une température de 35 °C; dans le cas d'éther de pétrole dont le point initial de distillation est en dessous de 40 °C, adopter une température de 25 °C.

**8.3.4** Détacher le plus possible du résidu adhérent à la paroi de la capsule en utilisant l'agitateur (6.5) et transférer quantitativement, dans le creuset taré (8.3.2), le contenu de la capsule en le versant sur l'embout de l'agitateur.

**8.3.5** Répéter cinq fois les opérations 8.3.3 et 8.3.4.

**8.3.6** Laver le résidu dans le creuset avec 25 ml de n-hexane ou d'éther de pétrole (chapitre 5) tiède (voir note en 8.3.3).

**8.3.7** Sécher la capsule et le creuset dans l'étuve, maintenue à  $102 \pm 2$  °C, durant 30 min.

**8.3.8** Laisser refroidir la capsule et le creuset dans le dessiccateur à la température de la salle des balances et les peser à 0,1 mg près.

**8.3.9** Répéter les opérations 8.3.7 et 8.3.8 jusqu'à l'obtention d'une masse constante (l'écart de masse ne devant pas dépasser 0,5 mg).

#### **8.4 Nombre de déterminations**

Effectuer les opérations spécifiées en 8.2 et 8.3 sur deux prises d'essai prélevées sur le même échantillon pour essai préparé.

### **9 EXPRESSION DES RÉSULTATS**

#### **9.1 Mode de calcul de la teneur en eau**

Pour chacune des prises d'essai en double, calculer la teneur en eau, E, exprimée en pourcentage en masse, au moyen de la formule suivante :

$$E = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la capsule vide (8.2.2);

$m_1$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai et de la capsule, avant séchage (8.2.3);

$m_2$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai et de la capsule, après séchage (8.2.6).

Prendre, comme résultat, la moyenne arithmétique,  $\bar{E}$ , des valeurs obtenues, exprimée avec la première décimale, si les conditions de répétabilité (9.4.1) sont remplies.

#### **9.2 Mode de calcul de la teneur en matière sèche non grasse**

Pour chacune des prises d'essai en double, calculer la teneur en matière sèche non grasse, S, exprimée en pourcentage en masse, au moyen de la formule suivante :

$$S = \frac{(m_4 - m_3) + (m_5 - m_0)}{m_1 - m_0} \times 100$$

où

$m_0$  et  $m_1$  ont la même signification qu'en 9.1;

$m_3$  est la masse, en grammes, du creuset vide (8.3.2);

$m_4$  est la masse, en grammes, du creuset contenant le résidu (8.3.9);

$m_5$  est la masse finale, en grammes, de la capsule (8.3.9).

Prendre, comme résultat, la moyenne arithmétique, S, des valeurs obtenues, exprimée avec la première décimale, si les conditions de répétabilité (9.4.2) sont remplies.

#### **9.3 Mode de calcul de la teneur en matière grasse**

La teneur en matière grasse, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$100 - (\bar{E} + \bar{S})$$

où

$\bar{E}$  est la teneur en eau, en pourcentage en masse (9.1);

$\bar{S}$  est la teneur en matière sèche non grasse, en pourcentage en masse (9.2).

Exprimer le résultat avec la première décimale.

#### **9.4 Répétabilité**

##### **9.4.1 Teneur en eau**

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une

après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 0,1 g d'eau pour 100 g de produit.

#### **9.4.2** Teneur en matière sèche non grasse

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 0,1 g de matière sèche non grasse pour 100 g de produit.

### **10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI**

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

METHODE NORMALISEE FAO/OMS No. B-16

MATIERES GRASSES DU LAIT - DETECTION DBS MATIERES GRASSES  
VEGETALES AU MOYEN DE L'ESSAI A L'ACETATE DE PHYTOSTEROL

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détection de la présence, dans la matière grasse du lait, des matières grasses végétales les plus communes, par l'essai à l'acétate de phytostérol.

2. REFERENCES

Voir Norme FAO/OMS B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers", et B-17 "Matières grasses du lait" - Détection des matières grasses végétales par chromatographie en phase gazeuse des stérols (Méthode de référence).

3. DEFINITION

Teneur en stérols de la matière grasse: Teneur en produits précipitables sous forme de digitonides, exprimée en pourcentage en masse et déterminée selon le mode opératoire décrit (voir note après 8.2.9)•

4. PRINCIPE

4.1 Saponification de la matière grasse et précipitation des stérols à l'état de digitonides de stérols, par addition d'une solution éthanolique de digitonine.

4.2 Détermination du point de fusion de l'acétate de stérol après acétylation des digitonides de stérols par l'anhydride acétique.

4.3 Examen au microscope de la forme des cristaux de stérols après transformation des acétates de stérols en stérols par saponification à l'aide d'une solution d'hydroxyde de potassium.

5. REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

5.1 Hydroxyde de potassium, solution. Dissoudre 400 g d'hydroxyde de potassium dans 600 ml d'eau.

5.2 Digitonine, solution éthanolique à 10 g/l. Dissoudre 10 g de digitonine dans 1 l d'éthanol (5.3).

5.3 Ethanol, de 95 à 96% (v/v).

5.4 Ethanol, à 80% (V/V).

5.5 Oxyde diéthylique.

5.6 Anhydride acétique.

5.7 Pentane ou éther de pétrole, distillant entre 40 et 60°C.

5.8 Sulfate de cuivre (II), solution à 70 g/l. Dissoudre 70 g de sulfate de cuivre (II) pentahydraté (CuSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O) cristallisé dans 1 l d'eau.

5.9 Sulfate de sodium, anhydre.

## 6. APPAREILS

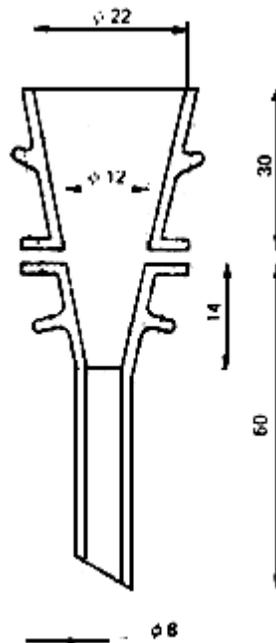
Matériel courant de laboratoire, et notamment:

6.1 Balance analytique.

6.2 Fioles coniques, capacité 500 ml, à col rodé, munies de réfrigérants à air adaptables.

6.3 Appareil en verre pour microfiltration, tel qu'il est représenté à la figure 1. (Voir également P.C. den Herder, Neth, Milk and Dairy J., 9 (1955), p. 261).

Dimensions en millimètres



**FIGURE 1 – Appareil de microfiltration**

6.4 Appareil approprié pour la détermination du point de fusion.

6.5  Tubes pour point de fusion, diamètre intérieur 0,8 à 1,0 mm, longueur 50 mm.

6.6  Tubes à essais, en verre résistant à la chaleur, diamètre 12 mm, longueur 35 mm.

6.7  Lames et lamelles, pour examens microscopiques.

6.8  Microscope ordinaire ou à lumière polarisée, grossissement linéaire 200X.

6.9  Etuve, réglable à  $102 \pm 2^\circ\text{C}$ .

6.10  Bain de glycérol, réglable de  $130$  à  $145^\circ\text{C}$ .

## 7. ECHANTILLONNAGE

Voir Norme FAO/CMS B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers".

## 8. MODE OPERATOIRE

### 8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1.1 Beurre - Faire fondre environ 50 g de l'échantillon pour laboratoire à une température inférieure à 50°C jusqu'à séparation des phases aqueuse et lipidique. Eliminer la couche grasse par décantation et clarifier la matière grasse à une température d'environ 40°C, en filtrant sur un papier filtre sec et en évitant d'introduire de la phase aqueuse sur le filtre.

8.1.2 Lait et crème - Centrifuger l'échantillon pour laboratoire de façon à obtenir une crème ayant une teneur en matière grasse d'environ 40%. Baratter la crème dans une baratte de laboratoire. Recueillir les morceaux de beurre et procéder comme décrit en 8.1.1.

8.1.3 Fromage - Broyer l'échantillon pour laboratoire dans un mortier avec du sulfate de sodium anhydre (5.9) jusqu'à l'obtention d'une masse granuleuse. Extraire cette masse à l'aide de pentane ou d'éther de pétrole (5.7) (on peut utiliser un appareil à extraction continue) et évaporer le solvant au bain d'eau bouillante\*

8.1.4 Lait concentré sucré et non sucré, et crème glacée – Ajouter, à l'échantillon pour laboratoire, deux fois son volume d'eau bouillante, chauffer sur un bain d'eau bouillante jusqu'à ce que la température de l'échantillon atteigne 75°C. Ajouter une quantité de la solution de sulfate de cuivre (II) (5.8) égale au dixième du volume du mélange et poursuivre le chauffage jusqu'à ce que le précipité coagule. Filtrer le précipité sur papier filtre et le laver à l'eau chaude jusqu'à ce que le filtrat soit incolore. Egoutter soigneusement le précipité, le broyer dans un mortier avec du sulfate de sodium anhydre (5.9) et procéder comme décrit en 8.1.3.

8.1.5 Lait sec - Broyer l'échantillon pour laboratoire dans un mortier avec un peu d'eau de façon à obtenir une masse grumuleuse. Laisser reposer durant 15 min. environ. Ajouter ensuite du sulfate de sodium anhydre (5.8), broyer jusqu'à l'obtention d'une masse granuleuse et procéder comme décrit en 8.1.3.

### 8.2 Préparation des digitonides de stérols

8.2.1 Peser, à 0,1 g près, environ 15 g de l'échantillon pour essai (8.1) et les introduire dans une fiole conique (6.2).

8.2.2 Ajouter, à la prise d'essai, 10 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (5.1) et 20 ml d'éthanol (5.3).

8.2.3 Placer le réfrigérant à air sur la fiole conique, tout en imprimant à la fiole un mouvement circulaire, la chauffer sur un bain d'eau bouillante jusqu'à ce que la solution devienne limpide, poursuivre l'ébullition durant 30 min,

8.2.4 Ajouter 60 ml d'eau puis 180 ml d'éthanol (5.3) et porter la température à environ 40°C.

8.2.5 Ajouter 30 ml de la solution éthanolique de digitonine (5.2), agiter et laisser refroidir. Placer la fiole dans un réfrigérateur réglé à environ 5 C, durant environ 12 h (1 nuit peut convenir).

8.2.6 Recueillir le précipité de digitonide de stérol par filtration sur un papier filtre pour filtration à vitesse moyenne, placé sur un entonnoir à filtration (diamètre 80 mm).

8.2.7 Laver le précipité avec de l'eau à environ 5°C jusqu'à ce que le filtrat ne mousse plus, puis laver une fois avec 25 à 50 ml d'éthanol (5.3) et enfin une fois avec 25 à 50 ml d'oxyde diéthylique (5.5).

8.2.8 Placer le papier filtre et le précipité sur un verre de montre, et sécher dans l'étuve (6.9) réglée à 102 + 2°C, durant 10 à 15 min.

8.2.9 Plier le papier filtre en deux de façon à permettre au précipité de se détacher sous forme de pellicule, et recueillir le précipité dans un vase à peser.

Note: Si l'on désire connaître la teneur en stérols, peser à 0,001 g près, le précipité contenu dans le vase à peser et calculer cette teneur, en pourcentage en masse, au moyen de la formule:

$$\frac{0,25 m_1}{m_0} \times 100 = \frac{25 m_1}{m_0}$$

où:

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.2.1);

$m_1$  est la masse, en grammes, du précipité de digitonide de stérol.

Arrondir le résultat à la deuxième décimale.

### 8.3 Préparation des acétates de stérols et détermination de leur point de fusion

8.3.1 Introduire, dans un tube à essais (6.6), 0,1 + 0,005 g de digitonide de stérol (8.2.9), ajouter 1 ml d'anhydride acétique (5.6) et chauffer le tube dans le bain de glycérol (6.10) entre 130 et 145°C jusqu'à dissolution du précipité. Ne pas utiliser le chauffage direct pour éviter des projections. Continuer à chauffer durant 2 min et laisser refroidir jusqu'à environ 80 C.

8.3.2 Ajouter 4 ml d'éthanol (5.3), mélanger, chauffer légèrement pour dissoudre les acétates de stérols qui peuvent avoir tendance à cristalliser.

8.3.3 Filtrer la solution encore chaude sur un petit papier filtre pour filtration à vitesse moyenne, imprégné d'éthanol, et recueillir le filtrat dans un autre tube à essais.

8.3.4 Chauffer avec précaution ce dernier tube jusqu'à douce ébullition.

8.3.5 Maintenir la solution à l'ébullition et, avec précaution, tout en agitant vigoureusement le tube à essais, ajouter goutte à goutte, à l'aide d'une pipette, 1 à 1,4 ml d'eau, jusqu'à ce que les acétates de stérols soient sur le point de précipiter, mais restent encore en solution. Eviter les surchauffes.

8.3.6 Ajouter quelques gouttes d'éthanol (5.3) pour redissoudre les acétates de stérols qui auraient pu cristalliser.

8.3.7 Laisser refroidir, d'abord à l'air durant 2 h, puis dans l'eau glacée durant 30 min.

8.3.8 Filtrer les cristaux d'acétate de stérol sur un petit disque de papier filtre pour filtration rapide, en utilisant l'aspiration et l'appareil de microfiltration (6.3), et rincer les cristaux avec 1 ml d'éthanol (5.4).

8.3.9 Redissoudre le gâteau de cristaux avec 1 ml d'éthanol (5.3) dans un tube à essais (6.6) par chauffage sur un microbrûleur.

8.3.10 Laisser refroidir d'abord à l'air durant 15 min, puis dans, l'eau glacée durant 5 min. Filtrer les cristaux d'acétate de stérol comme décrit en 8.3.8.

8.3.11 Répéter les opérations décrites en 8.3.9 et 8.3.10. Si nécessaire (voir 9.3), répéter ces opérations deux fois encore.

8.3.12 Sécher le gâteau de cristaux sur le papier filtre, d'abord à environ 30°C, puis dans l'étuve (6.9) réglée à 102 + 2°C, durant 10 à 15 min.

8.3.13 Désagréger la masse de cristaux, mélanger les cristaux sur un verre de montre et remplir un tube pour point de fusion (6.5) sur une hauteur de 3 mm. Déterminer le point de fusion dans l'appareil approprié (6.4), en élevant la température de 0,5°C/min au cours de la dernière phase du processus de fusion. Prendre comme point de fusion la lecture du thermomètre, en 0,1°C, au moment où le dernier cristal vient juste de disparaître,

#### 8.4 Examen microscopique des stérols

Note: Cet examen ne sera nécessaire que si l'on trouve pour le point de fusion de l'acétate de stérol une température égale ou supérieure à 115,5°C, mais inférieure à 117,0°C (voir 9.3.2).

8.4.1 Dissoudre environ 0,01 g d'acétate de stérol (8.3.13) dans 1 ml d'éthanol (5.3) contenu dans un petit tube à essais et ajouter 1 ou 2 gouttes de solution d'hydroxyde de potassium (5.1).

8.4.2 Chauffer sur un bain d'eau bouillante jusqu'à début d'ébullition et dissolution des acétates de stérols.

8.4.3 Ajouter 10 ml d'eau, transvaser la solution dans une ampoule à décanter de 125 ml et agiter en présence de 25 ml d'oxyde diéthylique (5.5).

8.4.4 Après séparation, décanter et rejeter la phase aqueuse.

8.4.5 Laver trois fois la phase étherée avec 5 ml d'eau.

8.4.6 Transvaser la phase étherée dans un bécher de 50 ml et évaporer jusqu'à siccité.

8.4.7 Dissoudre le résidu dans 10 ml d'éthanol à 80% (v/v) (5.4). Placer 1 goutte de la solution claire sur une lamelle de microscope et la laisser s'étaler\*. Attendre que la cristallisation commence sur les bords de la lamelle et retourner celle-ci sur une lame de microscope.

8.4.8 Pendant que la cristallisation se poursuit, examiner les cristaux au microscope (6.8) sous un grossissement linéaire d'environ 200X.

### 9. INTERPRETATION DES RESULTATS

9.1 Si le point de fusion des acétates de stérols est compris entre 114,0 et 115,5°C, considérer que l'échantillon pour laboratoire ne contient pas de matière grasse végétale.

9.2 Si le point de fusion des acétates de stérols est égal ou supérieur à 117,0°C, considérer que l'échantillon pour laboratoire contient des matières grasses végétales.

9.3 Cependant, si le point de fusion des acétates de stérols, est égal ou supérieur à 115,5°C, mais inférieur à 117,9°C, recommencer deux fois les opérations de redissolution, cristallisation et filtration (voir 8.3.11), sécher le gâteau de cristaux et déterminer le point de fusion comme décrit en 8.3.12 et 8.3.13.

9.3.1 Si le point de fusion de l'acétate de stérols est égal ou supérieur à 117,0°C, considérer que l'échantillon pour laboratoire contient des matières grasses végétales.

9.3.2 Par contre, si le point de fusion de l'acétate de stérol se maintient à 115,5°C ou au-dessus, mais au-dessous de 117.0°C, soumettre les cristaux de stérols à l'examen microscopique décrit en 8.4.

9.3.2.1 Si, à l'examen microscopique, les cristaux de stérols ont uniquement la forme d'un parallélogramme ayant un angle obtus de 100°, ce qui caractérise le cholestérol (voir figure 2); considérer que l'échantillon pour laboratoire ne contient pas de matières grasses végétales.

9.3.2.2 Si, à l'examen microscopique, certains des cristaux de stérols ont une forme hexagonale allongée ayant un angle au sommet de 108°, ce qui caractérise les phytostérols, ou si certains cristaux ont un angle rentrant (queue d'aronde), ce qui caractérise les mélanges de cholestérol et de phytostérols (voir figure 2), considérer que l'échantillon pour laboratoire contient des matières grasses végétales.

#### 10. SENSIBILITE DE L'ESSAI

La sensibilité dépend de la nature des matières grasses végétales éventuellement ajoutées, c'est-à-dire de la teneur et de la composition du mélange de phytostérols présents dans la matière grasse végétale.

#### 11. PROCES-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer le point de fusion des acétates de stérols, le nombre de cristallisation, la description (si nécessaire) de l'aspect microscopique des cristaux de stérols et la méthode utilisée. Il doit, en outre, mentionner les détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale ou facultatifs (voir note après 8.2.9), ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le résultat.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

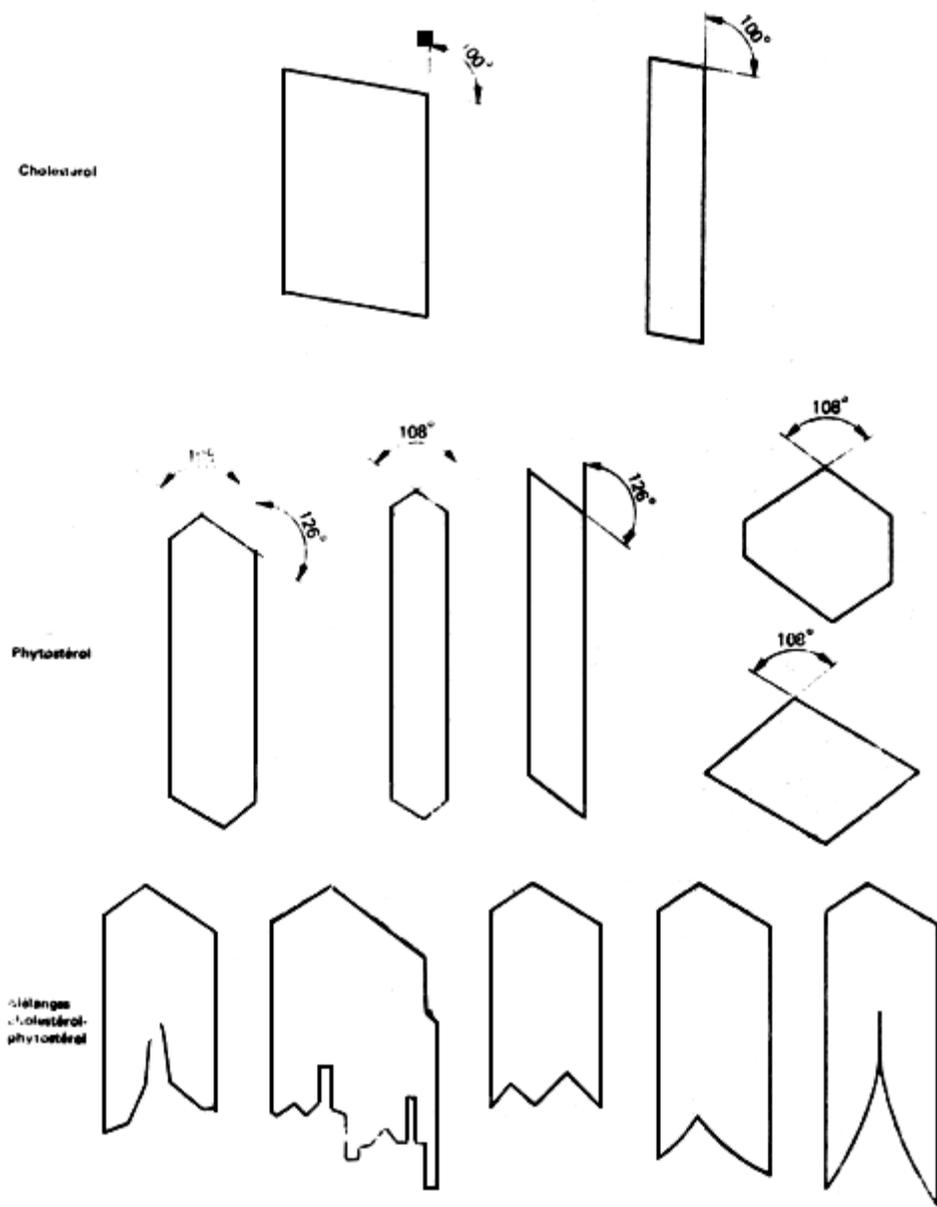


FIGURE 2 – Formes des cristaux des

METHODE NORMALISEE FAO/OMS N° B-17

MATIERES GRASSES DU LAIT - DETECTION DES MATIERES GRASSES  
VEGETALES PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE DES STEROLS  
(METHODE DE REFERENCE)

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de référence par chromatographie en phase gazeuse (CPG) pour la détection de la présence de matières grasses végétales contenant du  $\beta$ -sitostérol dans la matière grasse du lait. La limite de la détection dépend de la teneur  $\beta$ -sitostérol de la matière grasse ajoutée.

2. REFERENCES

Voir Norme FAO/OMS No. B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers" et B-16 Matières grasses du lait - Détection des matières grasses végétales au moyen de l'essai à l'acétate de phytostérol.

3. PRINCIPE

Préparation des digitonides de stérol selon les indications données dans l'ISO 3595 et dissolution dans un mélange de formamide et de diméthylformamide. Extraction des stérols libérés par le pentane. Séparation des stérols par la technique de chromatographie en phase gazeuse.

Si, sur le chromatogramme, on obtient un pic avec le temps de rétention du  $\beta$ -sitostérol, la présence de matière grasse végétale dans l'échantillon de matière grasse examinée est démontrée. La présence d'autres pics de phytostérol pourra renforcer cette conclusion.

4. REACTIFS ET MATERIAUX

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

4.1 Formamide et diméthylformamide : mélange à volumes égaux.

4.2 n-Pentane

4.3 Remplissage de la colonne: phase stationnaire de gomme de méthylsilicone, stable jusqu'à au moins 300°C imprégnant au taux de 2 à 4% une terre de diatomée calcinée, lavée aux acides et silanisée, de granulométrie 80/100 (175 à 150  $\mu\text{m}$ ) ou 100/120 mesh (150 à 125  $\mu\text{m}$ ).

4.4 Solution pour l'essai de sensibilité: 1 mg de stérols de matière grasse de lait dans 1 ml de n-pentane, récemment préparée à partir de matière grasse de lait (voir 7.2),

4.5 Solution pour l'essai de la résolution des pics: 0,9 mg de stérols d'huile de colza et 0,1 mg de stérols de matière grasse de lait dans 1 ml de n-pentane, récemment préparée à partir d'huile de colza et de matière grasse de lait, respectivement (voir 7.2).

4.6 Solution pour l'essai de référence: 1 mg de stérol d'huile de soja dans 1 ml de n-pentane, récemment préparée à partir d'huile de soja (voir 7.2).

4.7 Gaz vecteur: azote

4.8 Hydrogène

4.9 Oxygène ou air

## 5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment:

5.1 Appareil de chromatographie en phase gazeuse, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme avec un injecteur en argent ou en verre, ou système d'injection directe sur la colonne, et relié à un enregistreur.

5.2 Colonne de chromatographie en phase gazeuse, en verre, en U ou spiralée, de 100 à 200 cm de long et de 2 à 4 mm de diamètre intérieur.

Note: L'acier inoxydable ne doit pas être utilisé, certains types pouvant provoquer des résultats erronés par détérioration des stérols.

5.3 Microseringue, permettant de délivrer un volume de 5 ou 10 µl.

## 6. ECHANTILLONNAGE

Voir Norme FAO/OMS No. B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers".

## 7. MODE OPERATOIRE

### 7.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Voir Norme FAO/OMS No. B-16 "Matières grasses du lait - Détection des matières grasses végétales au moyen de l'essai à l'acétate de phytostérol".

### 7.2 Préparation des stérols

Dans un petit tube à essais, dissoudre environ 10 mg de digitonide de stérol, préparée selon le procédé décrit dans l'ISO 3595, dans 0,5 ml du mélange de formamide et de diméthylformamide (4.1). Au besoin, chauffer légèrement. Ajouter 2,5 ml de n-pentane (4.2) à la solution refroidie, boucher le tube et agiter. Laisser se séparer les deux couches et utiliser la couche supérieure limpide contenant les stérols libérés pour l'analyse chromatographique. Cette solution contient environ 1 mg de stérol par millilitre.

### 7.3 Conditions de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse

Température de la colonne: 220 à 250°C.

Température du système d'injection, s'il est chauffé séparément: 20 à 40°C au-dessus de la température de la colonne.

Débit de l'azote: 30 à 60 ml/min.

Déconnecter le détecteur et maintenir les nouvelles colonnes dans ces conditions durant 16 à 24 h afin de les équilibrer, Connecter le détecteur, allumer la flamme, et régler les débits d'hydrogène et d'oxygène ou d'air de façon à obtenir une hauteur de flamme et une sensibilité convenables. Mettre en marche l'enregistreur à une vitesse appropriée, ajuster le zéro et l'atténuateur. Si la ligne de base est stable, l'appareil est prêt à être utilisé.

#### 7.4 Essai de sensibilité

Injecter 3 à 5 µl de la solution pour l'essai de sensibilité (4.4). Un seul pic distinct de cholestérol doit apparaître sur le chromatogramme. Régler l'atténuateur de façon à utiliser approximativement toute l'échelle de l'enregistreur (voir figure 1).

#### 7.5 Essai de résolution des pics

Injecter 3 à 5 µl de la solution pour l'essai de résolution (4.5). Les pics de cholestérol, de brassicastérol, de campestérol et de β -sitostérol doivent apparaître sur le chromatogramme (voir figure 2). Mesurer les distances de rétention (distance du point d'injection au point de hauteur maximale du pic) des pics,  $d_{CH}$  pour le cholestérol,  $d_B$  pour le brassicastérol,  $d_C$  pour le campestérol et  $d_S$  pour le β -sitostérol, et les largeurs à la base des pics (longueur de rétention entre les intersections avec la ligne de base des tangentes aux points d'inflexion situés sur les côtés avant et arrière du pic),  $W_{CH}$  pour le cholestérol et  $W_B$  pour le brassicastérol. La résolution des pics, exprimée par la formule  $PR = 2 (d_B - d_{CH}) / (W_B + W_{CH})$ , doit être égale au moins à 1. .

Note: Afin de faciliter le mesurage de la largeur de la base, prolonger la portion droite la plus longue de chaque côté du pic jusqu'à couper la ligne de base; la largeur de la base sera la distance entre les points d'intersection correspondant aux deux côtés.

Calculer les temps de rétention relatifs (cholestérol = 1,00) pour le brassicastérol, le campestérol et le β-sitostérol.

#### 7.6 Essai de référence

Injecter 3 à 5 µl de la solution pour l'essai de référence (4.6). Les pics de campestérol, de stigmastérol et de β -sitostérol doivent apparaître sur le chromatogramme (voir figures 2 et 3). Mesurer les distances de rétention des pics,  $d_C$  pour le campestérol,  $d_{ST}$  pour le stigmastérol et  $d_S$  pour le β -sitostérol. Calculer les temps de rétention relatifs, qui sont approximativement les suivants:

cholestérol	1,00 (environ 15 min)
brassicastérol	1,13 à 1,15
campestérol	1,32 à 1,34
stigmastérol	1,44 à 1,46
β -sitostérol	1,66 à 1,68

#### 7.7 Analyse

Tourner le bouton de l'atténuateur jusqu'à obtenir un facteur d'atténuation quatre fois plus faible (ce qui est obtenu généralement en deux crans du bouton) et injecter le même volume de solution de stérol (7.2) qu'en 7.4. Enregistrer le chromatogramme.

### 8. EXPRESSION DES RESULTATS

Si, sur le chromatogramme, un pic présente un temps de rétention relatif égal à celui du β -sitostérol et une hauteur correspondant à au moins 2% de l'échelle, la présence de β -sitostérol est démontrée, et l'échantillon pour laboratoire examiné, à partir duquel les stérols ont été isolés, est considéré contenir de la graisse végétale.

La présence, sur le chromatogramme, de pics d'autres phytostérols, tels que le campestérol ou le stigmastérol, pourra renforcer cette conclusion.

## 9. SENSIBILITE

La méthode décrite dans la présente Norme Internationale permet de détecter le  $\beta$ -sitostérol à des teneurs aussi faibles que 0,5%. La limite de détection de la matière grasse végétale dans la matière grasse du lait ne peut pas être indiquée car elle dépend de la teneur en  $\beta$ -sitostérol de la graisse ajoutée, c'est-à-dire de la nature de cette graisse ou du mélange de graisses ajouté à la graisse du lait.

## 10. PROCES-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon et doit être accompagné des chromatogrammes enregistrés.

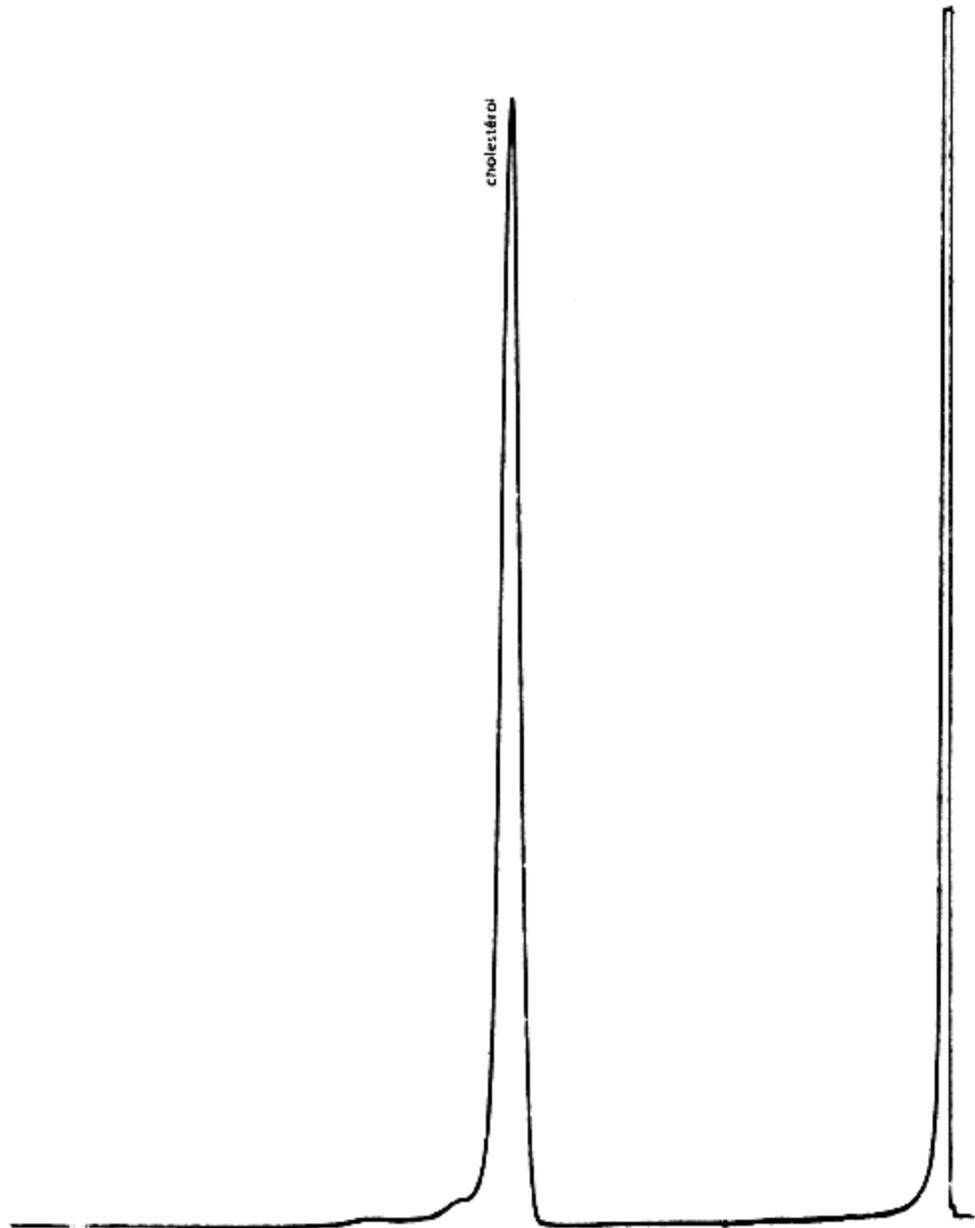


FIGURE 1 – CPG des stérols de la matière grasse du lait

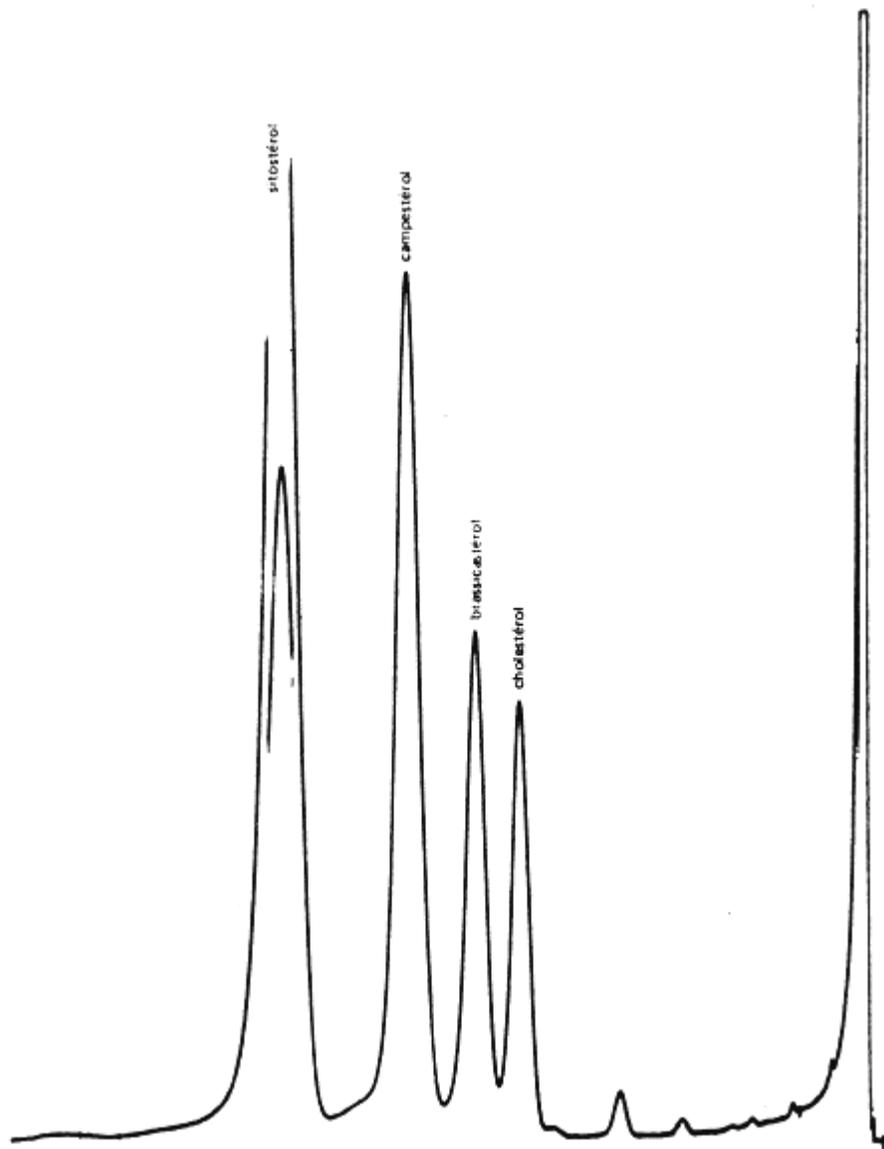


FIGURE 2 – CPG des stérols de l'huile de colza additionnés de cholestérols

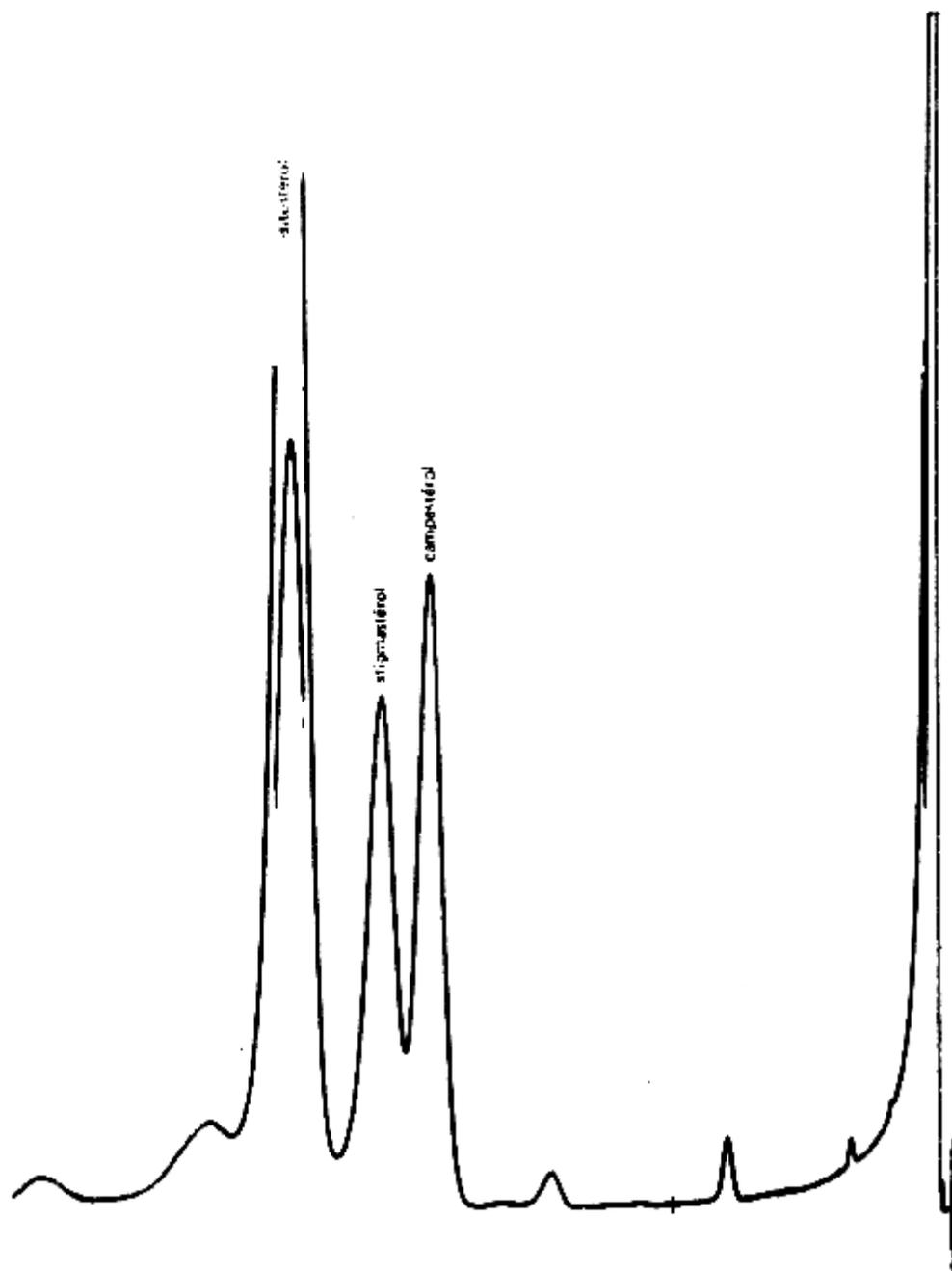


FIGURE 3 – CPG des stérols de l'huile de soja

METHODE NORMALISES FAO/OMS No. B-18

FROMAGE - DETERMINATION DE LA TENEUR EN CHLORURES (METHODE DE REFERENCE)

1. OBJET ET DOMAINES D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de la teneur en chlorures du fromage.

La méthode est applicable à tous les types et variétés de fromages contenant au moins 0,5% de chlorures.

2. REFERENCE

Voir Norme FAO/OMS B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers".

3. DEFINITION

Teneur en chlorures du fromage: substances déterminées par la méthode spécifiée. La teneur en chlorures peut être exprimée en pourcentage en masse de Cl ou de chlorure de sodium ou de tout autre chlorure utilisé.

4. PRINCIPE

Destruction de la matière organique du fromage par le permanganate de potassium et l'acide nitrique, puis détermination de la teneur en chlorures par titrage argentimétrique dans une solution d'acide nitrique, en présence de sulfate double d'ammonium et de fer(III) comme indicateur.

5. REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

5.1 Nitrate d'argent, solution environ 0,1 N, titrée à la quatrième décimale près.

5.2 Thiocyanate de potassium ou d'ammonium, solution environ 0,1 N, titrée à la quatrième décimale près.

5.3 Sulfate double d'ammonium et de fer(III), solution saturée.

5.4 Acide nitrique,  $p_{20}$  1,40 à 1,42 g/ml, ce qui correspond à 66,9 à 71,6% (m/m) de  $\text{HNO}_3$ .

5.5 Permanganate de potassium, solution saturée.

5.6 Acide oxalique ou glucose

5.7 Eau, ne contenant pas d'impuretés pouvant avoir une influence sur la détermination.

6. APPAREILLAGE

6.1 Balance

6.2 Fiole conique, capacité 300 ml

6.3 Pipette, calibrée pour délivrer 25 ml, conforme à l'ISO/R 648.

- 6.4 Eprouvettes graduées, capacités 15, 25 et 100 ml.
- 6.5 Burette, graduée en 0,1 ml, capacité 50 ml, conforme à l'ISO/R 385.
- 6.6 Appareil de broyage approprié

## 7. ECHANTILLONNAGE

Voir Norme FAO/OMS B-1 "Méthodes pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers".

## 8. MODE OPERATOIRE

### 8.1 Préparation de l'échantillon pour essai<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Des spécifications particulières pour la préparation de l'échantillon pour essai d'un type ou d'une variété quelconque de fromage pourront être données dans les normes nationales.

Retirer, avant l'analyse, la croûte ou la partie superficielle tachée ou moisie du fromage, de façon à obtenir un échantillon pour essai représentatif du fromage tel qu'il est habituellement consommé.

Broyer l'échantillon avec un appareil de broyage approprié (6\*6); mélanger rapidement la partie broyée et, si possible, broyer et bien mélanger une seconde fois. Nettoyer le broyeur pour chaque échantillon. Si l'échantillon ne peut pas être broyé, le mélanger avec soin en le pétrissant énergiquement.

Conserver l'échantillon pour essai dans un récipient étanche à l'air jusqu'au moment de l'analyse, qui doit être effectuée le même jour. Si un délai est inévitable, prendre toutes les précautions pour en assurer une conservation correcte, et pour éviter toute condensation de vapeur d'eau sur la surface interne du récipient.

Le fromage en saumure doit être échantillonné en portions d'au moins 200 g chacune, avec suffisamment de saumure pour recouvrir le fromage dans le récipient d'échantillonnage. Avant l'analyse, le placer sur un papier filtre pendant 1 à 2 h.

### 8.2 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, dans une fiole conique (6.2), environ 2 g de l'échantillon pour essai.

### 8.3 Détermination

8.3.1 Avec la pipette (6.3) ajouter 25 ml de la solution de nitrate d'argent (5.1), puis avec une éprouvette graduée (6.4) ajouter 25 ml d'acide nitrique (5-4) et bien mélanger.

8.3.2 Chauffer jusqu'à ébullition, ajouter environ 10 ml de la solution de permanganate de potassium (5.5), et maintenir le mélange réactionnel à ébullition douce.

Si le mélange réactionnel se décolore, effectuer une nouvelle addition de solution de permanganate de potassium (en général, 5 à 10 ml suffisent). La présence d'un excès de permanganate (couleur brune) indique que la destruction de la matière organique est complète. Détruire l'excès par addition d'une petite quantité d'acide oxalique ou de glucose (5.6).

8.3.3 Ajouter 100 ml d'eau froide (5.7) et 2 ml de solution de sulfate double d'ammonium et de fer(III) (5.3) et mélanger soigneusement.

8.3.4 Titrer immédiatement l'excès de nitrate d'argent, avec la solution de thiocyanate d'ammonium (5.2), jusqu'à apparition d'une coloration rouge brun persistant pendant environ 30 s.

8.3.5 Faire un essai à blanc avec 2 ml d'eau à la place de 2 g de fromage.

8.3.6 Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

## 9. EXPRESSION DES RESULTATS

### 9.1 Mode de calcul et formule

$$\frac{(V_1 - V_2) \times f \times T}{m}$$

Calculer la teneur en chlorures, en pourcentage en masse, au moyen de la formule suivante:

" où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de solution de thiocyanate utilisée pour l'essai à blanc;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de solution de thiocyanate utilisée pour la prise d'essai;

T est le titre de la solution de thiocyanate;

M est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

f est le facteur permettant d'exprimer le résultat en pourcentage de chlorures. Les valeurs numériques sont par exemple:

f = 3,55 pour % Cl<sup>-</sup>

f = 5,85 pour % NaCl

f = 7,46 pour % KCl

Prendre, comme résultat, la moyenne arithmétique des deux déterminations, si les conditions de répétabilité (9.2) sont remplies, Exprimer le résultat avec deux décimales.

### 9.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 0,04 g de Cl (ou la quantité équivalente de chlorure utilisé) pour 100 g de fromage.

## 10. PROCES-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale ou facultatif, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.